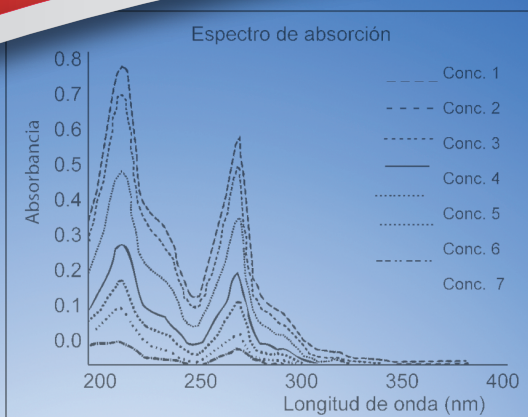




Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

Manual de prácticas de laboratorio Química analítica



José Ramón Verde Calvo

Elisa Vega Ávila

Javier Isidoro López Cruz

Ma. Elena Estrada Zúñiga

Frida P. Malpica Sánchez

Felipe Martínez Orta

Clara Pelayo Zaldívar

María del Carmen Pérez César

Patricia Ruiz Sánchez

Gloria Maribel Trejo Aguilar

Luz María Zenit Tovar Castro



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

Dr. Salvador Vega y León
Rector General

Mtro. Norberto Manjarrez Álvarez
Secretario General

UNIDAD IZTAPALAPA

Dr. Javier Velázquez Moctezuma
Rector

Dr. Miguel Ángel Gómez Fonseca
Secretario

Dr. Rubén Román Ramos
Director de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Dra. Edith Ponce Alquicira
Jefe del Departamento de Biotecnología.

Primera Impresión 2013

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

Av. San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina,
Del. Iztapalapa, C.P 09340, México D.F. Tel.: 5804 4600

Impreso y hecho en México/*Printed in Mexico*

Prefacio

En el año 2002 se actualizaron los contenidos temáticos de las asignaturas que componen las licenciaturas de Ingeniería de los Alimentos e Ingeniería Bioquímica Industrial. Para llevar a cabo esta actualización se crearon academias de profesores al interior del Departamento de Biotecnología y de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud, entre ellas la Academia de Química Analítica. Posteriormente, se inició la revisión de los planes de estudio de ambas licenciaturas y su adecuación a un nuevo modelo educativo, con base en esta nueva concepción y teniendo como marco de referencia las Políticas Operativas de Docencia de la Unidad Iztapalapa, se plantearon nuevos planes de estudio y elaboraron las cartas descriptivas de los cursos que los componen. Como resultado de este proceso, las asignaturas de Química Analítica I y Química Analítica II, que se imparten en los trimestres V y VII-VIII, quedaron fusionadas en una sola denominada Química Analítica, la cual se ubicó en el trimestre II de los nuevos programas de licenciatura. Asimismo, se propuso como materia optativa Química Analítica Avanzada para ser cursada en uno de los trimestres VII al XI y que cubre en su totalidad procedimientos analíticos instrumentales.

El presente manual contiene las prácticas de laboratorio que acompañan al nuevo programa de Química Analítica y que fueron elaboradas por los profesores de la Academia de Química Analítica. Considerando la normatividad existente en cuanto al uso de los servicios e instalaciones de los laboratorios de docencia de nuestra unidad, el manual se inicia con un capítulo que contiene las medidas de seguridad que se deben conocer y adoptar en los laboratorios de docencia, así como información relativa a grados o calidades de reactivos químicos, el sistema internacional de unidades, las cifras significativas y los conceptos de exactitud y precisión.

Las diez prácticas que integran el manual incluyen la preparación de disoluciones y formas de expresar su concentración, gravimetría, valoración de disoluciones y uso de patrones primarios, disoluciones amortiguadoras, titulaciones ácido base y por óxido-reducción, cromatografía en columna, capa fina y papel, y espectrofotometría en la región del visible. Asimismo, el manual contiene algunos apéndices con información relativa al uso apropiado de varios instrumentos y materiales de laboratorio, y guías para la operación de algunos equipos. Considerando que el manual va dirigido a estudiantes de las licenciaturas de Ingeniería de los Alimentos e Ingeniería Bioquímica industrial, cuando fue posible, se incorporaron como materiales de análisis tanto alimentos como formulaciones farmacéuticas.

No se incluyeron prácticas de cromatografía de gases (CG) ni de cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) en este curso básico, debido a que son temas que se cubren ampliamente en forma teórica y práctica en el curso de Química Analítica Avanzada, en su lugar se elaboraron dos videos que ya se encuentran a disposición de los estudiantes en la página de la Academia de Química Analítica (<http://docencia.izt.uam.mx>).

Cabe mencionar que este manual no sustituye a las publicaciones "La Teoría y la Práctica en el Laboratorio de Química General para Ciencias Biológicas y de la Salud", "La Teoría y la Práctica en el Laboratorio de Química Analítica I" y al "Manual de Prácticas de Química Analítica II", que se encuentran en línea a través del Sistema Multimedia de Apoyo a la Docencia de nuestra unidad (<http://www.uamlinea.uam.mx>) y que han sido y continuarán siendo materiales didácticos útiles para la enseñanza de la química analítica.

Finalmente, una breve mención a la página de la Academia de Química Analítica. Esta página se elaboró con el propósito de poner a la disposición de los estudiantes materiales e información que faciliten y complementen su aprendizaje, y para establecer una comunicación continua entre ellos y los profesores que impartimos estas asignaturas. Les invitamos cordialmente a que visiten esta página y a que den sus opiniones del material aquí presentado. Asimismo, todas las observaciones y comentarios acerca del contenido del presente manual son bienvenidos.

Contenido

Lo que debes saber antes de iniciar el trabajo en el laboratorio.	
Medidas de seguridad en laboratorios de docencia	9
Práctica 1. Preparación de disoluciones	21
Práctica 2. Determinación gravimétrica de calcio como oxalato de calcio monohidratado	31
Práctica 3. Valoración de disoluciones ácido-base	37
Práctica 4. Disoluciones amortiguadoras	43
Práctica 5. Aplicaciones de las titulaciones de neutralización ácido - base	49
Práctica 6. Determinación de hierro (II) en vitaminas comerciales por óxido-reducción	55
Práctica 7. Cromatografía en columna	63
Práctica 8. Cromatografía en capa fina	69
Práctica 9. Cromatografía en papel. Separación de mezclas de indicadores de pH	77
Práctica 10. Cuantificación de hierro por espectrofotometría en el visible	81
Apéndice 1. Uso adecuado de instrumentos y materiales de laboratorio	87
Apéndice 2. Instrucciones de operación del potenciómetro conductronic pH 120	91
Apéndice 3. Instrucciones de operación del espectrofotómetro biomate™ 3 thermo spectronic	95

Acerca de los autores

Ma. Elena Estrada Zúñiga. Ingeniera en Biotecnología por la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología del Instituto Politécnico Nacional y Dra. en Biotecnología por la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Labora en la UAMI desde 2008 donde ha impartido cursos de Química Analítica I y II, Análisis Sensorial, Tecnología de Granos y Cereales e Introducción a la Biotecnología. Ha colaborado en proyectos de investigación con profesores de los Departamentos de Biotecnología e Ingeniería de Procesos e Hidráulica de la UAMI, y de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma del Estado de México, lo que le ha permitido publicar un capítulo de libro y artículos de investigación y difusión en revistas nacionales e internacionales. Pertenece al Sistema Nacional de Investigadores. *lena21382@yahoo.com.mx*

Javier Isidoro López Cruz. Licenciado en Ingeniería Bioquímica Industrial, Maestro en Biología Experimental y Doctor en Biotecnología por la Universidad Autónoma Metropolitana. Labora como profesor de tiempo parcial desde 1999. Imparte cursos de Química Analítica, Química Orgánica, Análisis Funcional Orgánico, Bioquímica e Ingeniería Bioquímica para la División de Ciencias Biológicas y de la Salud. Ha colaborado en diversas investigaciones referentes a hongos comestibles comerciales y no convencionales y publicado artículos sobre el tema en revistas nacionales, asimismo ha contribuido en la difusión del cultivo de hongos a pequeña y mediana escala. *jilc@xanum.uam.mx*

Frida P. Malpica Sánchez. Obtuvo su licenciatura en Ingeniería de Alimentos en la Universidad Autónoma Metropolitana Iztapalapa (UAMI) y su maestría en Formación Permanente en el Centro Internacional de Prospectiva y Altos Estudios en la Cd. de Puebla. Ha sido Profesor Asociado en la UAMI desde 1993, en donde ha colaborado en proyectos de investigación para la elaboración de vinos de mesa y bebidas destiladas; ha escrito notas de curso y participado en la elaboración de un manual de laboratorio de química analítica; impartido cursos de Microbiología de Alimentos, Química de Alimentos, Química Analítica y Enología, entre otros; y fungido como responsable de convenios con la industria para el desarrollo de investigación, que además han favorecido la vinculación de estudiantes con la industria alimentaria. *frimalbec@yahoo.com.mx*

Felipe Martínez Orta. Obtuvo el grado de Químico Bacteriólogo Parasitólogo en la Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del Instituto Politécnico Nacional y la Maestría y el Doctorado en Biotecnología en la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Actualmente labora en la UAM-I como Profesor Titular de tiempo parcial impartiendo las asignaturas de Química Analítica I y Química Analítica II en el nivel de licenciatura. También participa como profesor de asignatura en el nivel de posgrado. Desarrolla investigación en procesos biotecnológicos relacionados con la eliminación de metano por medio de desnitrificación. Ha publicado artículos de investigación en revistas internacionales y ha participado en eventos de difusión científicos nacionales e internacionales. *acar@yahoo.com.mx*

Clara Pelayo Zaldívar. Obtuvo su licenciatura en Química Farmacéutica Bióloga en la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México y su doctorado en la Universidad de California-Davis, EUA. Ha impartido cursos de licenciatura y posgrado durante los últimos 35 años en diversas instituciones de educación superior y en los últimos 20 años en la UAMI. Ha escrito materiales didácticos, un libro, varios capítulos de libros y diversos artículos de divulgación y científicos en el área de la fisiología y tecnología postcosecha de frutas y hortalizas. Actualmente imparte las asignaturas de Química Analítica I y Química Analítica II en el nivel de licenciatura; realiza actividades docentes en el nivel de posgrado y desarrolla investigación. Pertenece al Sistema Nacional de Investigadores. *cpel@xanum.uam.mx*

María del Carmen Pérez César. Licenciada en Química por la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa y Maestra en Ciencias (Química Inorgánica) por la Universidad Nacional Autónoma de México. Labora en la UAM-I desde 1980, en donde actualmente es profesora de tiempo parcial. Imparte cursos de Química Analítica I y Química Analítica II. Es coautora del manual La teoría y la práctica en el laboratorio de Química Analítica I, publicado en 2003 por la UAMI en versiones impresa y electrónica. *mcpcr@yahoo.com.mx*

Patricia Ruiz Sánchez. Obtuvo la Licenciatura en Ingeniería de los Alimentos y la Maestría en Biotecnología por la Universidad Autónoma Metropolitana y su Doctorado en Ingeniería de Procesos Industriales y Desarrollo Sustentable por la Université de Technologie de Compiègne, Francia. Actualmente labora en la UAM-I como Profesor Asociado de tiempo parcial impartiendo

las asignaturas de Química Analítica I y Química Analítica II en el nivel de licenciatura. Desarrolla investigación en el área de Ingeniería de Procesos Biotecnológicos. Ha publicado artículos de investigación en revistas internacionales y ha participado en eventos de difusión científicos nacionales e internacionales. *rusanp_2002@yahoo.com.mx*

Elisa Vega Ávila. Obtuvo la licenciatura en Química en la Escuela de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Obtuvo la Maestría en Biología Experimental y el Doctorado en Ciencias Biológicas en la Universidad Autónoma Metropolitana. Labora en la UAM-I desde 1975, en donde actualmente es Profesora Titular C de tiempo completo. Imparte cursos de Química General, Química Orgánica, Química Analítica y Métodos Instrumentales en el nivel licenciatura, realiza actividades docentes en el posgrado en Biología Experimental. Ha publicado, con profesores de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud, libros que apoyan la enseñanza de química general y química analítica en la DCBS de la UAM-I. También ha publicado artículos de investigación y difusión en revistas nacionales e internacionales. *vega@xanum.uam.mx*

José Ramón Verde Calvo. Doctor en Ciencias por la Universidad Nacional Autónoma de México. Efectúa actividades de docencia e investigación en enología, alimentos fermentados, inocuidad alimentaria y productos nutraceuticos en el Departamento de Biotecnología de la Universidad Autónoma Metropolitana - Unidad Iztapalapa. Es Profesor Investigador Titular desde 1986. Ha participado en la elaboración de 6 libros de texto, dos de los cuales son sobre química analítica; asimismo, ha colaborado en la elaboración de varios capítulos de libros, publicaciones científicas nacionales e internacionales, asesorías de tesis de licenciatura y posgrado y ha impartido más de 200 cursos de licenciatura y posgrado además de haber asumido diversos cargos de participación universitaria. Perteneció al Sistema Nacional de Investigadores. *jrv@xanum.uam.mx*

Gloria Maribel Trejo Aguilar. Obtuvo su licenciatura en Ingeniería Bioquímica Industrial y su Maestría en Ingeniería Química en la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa. Actualmente, está por concluir el Doctorado en Ciencias en la misma institución. Ha impartido cursos de licenciatura y posgrado durante los últimos 10 años en las divisiones de CBS y CBI de la UAMI. Ha sido coautora de manuales de Laboratorio. Actualmente imparte Química Analítica I a nivel licenciatura y Métodos Analíticos Instrumentales a nivel posgrado. Es responsable del Laboratorio de Cromatografía y Microscopía, en donde desarrolla actividades de instrucción y capacitación técnica para alumnos de posgrado, además de colaborar en proyectos de investigación. *gmta@xanum.uam.mx*

Luz María Zenit Tovar Castro. Realizó sus estudios de licenciatura en la Universidad Veracruzana en Xalapa, Veracruz obteniendo el título de Químico Farmacéutico Biólogo, y sus estudios de Maestría y Doctorado en Biotecnología en la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa. Ha sido Profesora Asociada en este mismo plantel desde 2007, en donde ha impartido cursos de Análisis Funcional Orgánico y los laboratorios de Química Orgánica I, Química Analítica I y II, y Bioquímica y Fisiología Vegetal; actualmente imparte el laboratorio de Química Analítica II. Así mismo, ha colaborado en diferentes proyectos de investigación relacionados con procesos de fermentación en medio sólido derivando en la publicación de artículos de investigación y difusión en revistas nacionales e internacionales. Perteneció al Sistema Nacional de Investigadores. *luzzenit@hotmail.com*

Lo que debes saber antes de iniciar el trabajo en el laboratorio

Medidas de seguridad en laboratorios de docencia

El laboratorio debe ser un lugar seguro para trabajar, los accidentes pueden originarse por negligencia en la prevención, descuidos, bromas o por circunstancias fuera de control. Para garantizar seguridad en el laboratorio se deberán tener siempre presentes los posibles peligros asociados al trabajo con reactivos químicos y conocer las medidas de seguridad que se aplican a estos lugares de trabajo. El objetivo del presente capítulo es dar a conocer al alumno las medidas de seguridad existentes en un laboratorio químico para que las aplique en su lugar de trabajo. Asimismo, se le proporciona información acerca de grados o calidades de reactivos químicos, el sistema internacional de unidades, el redondeo de las cifras, las cifras significativas y los conceptos de precisión y exactitud.

¿Qué es la Seguridad?

Es un conjunto de medidas técnicas, educacionales, médicas y psicológicas empleadas para prevenir accidentes, tendientes a eliminar las condiciones inseguras del ambiente y a instruir o convencer a las personas acerca de la necesidad de implementar prácticas preventivas.

El alumno estará obligado a utilizar el llamado Equipo de Protección Personal (EPP) y seguir al pie de la letra las indicaciones dadas por el profesor acerca de cómo preparar reactivos y como llevar a cabo la práctica. El EPP se refiere a los objetos diseñados para proteger a los alumnos y al profesor durante su estancia en el laboratorio, éstos son de uso personal y podrán variar según lo requiera la práctica a realizar.

Descripción y Uso del EPP

Los accesorios de uso común en los laboratorios de química son bata, lentes de seguridad, guantes de diferentes materiales, mascarilla y zapatos apropiados. Las características de estos accesorios personales de seguridad se indican a continuación.

Bata. Debe ser de algodón, de manga larga, 1 ó 2 tallas más grande de la talla habitual que usa el alumno y debe contar con todos los botones para mantenerla cerrada (Fig. 1).



Figura No. 1. La bata de laboratorio es obligatoria.

Lentes de seguridad. También llamados gafas, “goggles”, o anteojos panorámicos, deben proteger toda la superficie frontal y lateral de los ojos y ser de un material transparente que permita una completa visibilidad (Fig. 2).



Figura No. 2. Lentes de seguridad para el manejo de sustancias corrosivas como los ácidos fuertes.

Mascarilla. Protege las vías respiratorias de polvos y/o vapores tóxicos o corrosivos. Las hay con diferentes filtros, para polvos finos, vapores orgánicos y ácidos (Fig. 3).



Figura No. 3. Mascarilla protectora contra polvos y/o vapores tóxicos o corrosivos.

Guantes. Los hay de diferentes materiales, de látex o neopreno para el trabajo habitual de laboratorio, de asbesto para sujetar objetos calientes y de neopreno para manejo de ácidos (Fig. 4).



Para objetos calientes

Para manejo de ácidos

Figura No. 4. Diferentes tipos de guantes para uso en el laboratorio.

Zapato. Se recomienda usar zapato cerrado, de suela antiderrapante. La zapatilla de tacón alto, las sandalias y en general los zapatos abiertos no se consideran adecuados para trabajo de laboratorio.

Otras recomendaciones. Traer el cabello recogido, evitar el uso de anillos, pulseras y gorras, y en el caso de las mujeres, las uñas largas no son apropiadas para el trabajo de laboratorio y no se recomienda el uso de medias.

Normas de Laboratorio de Laboratorio

Las buenas prácticas son un conjunto de reglas, recomendaciones y prohibiciones relacionadas con el manejo de materiales de laboratorio y sustancias químicas. Su aplicación requiere de conocimiento, sentido común y apoyo en el ambiente de trabajo. Se les puede dividir en normas generales y particulares de trabajo.

Normas generales de trabajo

- El uso del EPP es obligatorio.
- Nunca trabaje solo, procure realizar su actividad cuando al menos otra persona esté trabajando en el laboratorio.
- Queda estrictamente prohibido comer, beber, almacenar alimentos, correr, fumar, maquillarse o manipular lentes de contacto en el laboratorio, aún cuando no se estén realizando prácticas.
- Mantenga su área de trabajo limpia y ordenada. No deben colocarse libros, abrigos y mochilas sobre las mesas de trabajo. Se deberá verificar que la mesa esté limpia al comenzar y al terminar el trabajo realizado.
- Los alumnos y docentes deben estar familiarizados con los elementos de seguridad disponibles, salidas de emergencia, extintores, regaderas y ubicación de botiquines.
- Toda herida o quemadura, aún los pequeños cortes, que se produzcan durante una práctica deben ser informados obligatoriamente al docente y deberán ser tratadas inmediatamente.

- En el caso de salpicaduras de ácidos sobre la piel lavar inmediatamente con agua abundante, teniendo en cuenta que en el caso de ácidos concentrados la reacción con el agua puede producir calor. Es conveniente retirar la ropa de la zona afectada para evitar que el corrosivo quede atrapado entre ésta y la piel.

Normas Particulares de Trabajo

- Las balanzas deben dejarse en ceros y perfectamente limpias después de su uso.
- Cerca de las balanzas sólo deberán estar los estudiantes que en ese momento se encuentren pesando (uno por balanza).
- Queda estrictamente prohibido pipetear con la boca cualquier líquido, para ello use propipetas.
- Las pipetas con reactivo residual, se deberán colocar con la punta hacia abajo sobre la tarja de cada mesa de trabajo y los alumnos no deberán trasladarlas de un lado a otro para evitar riesgos de salpicaduras a sus compañeros.
- Siempre que trabaje con algún reactivo tóxico o corrosivo (como los ácidos fuertes), deberá realizar la operación en la campana de extracción, con la luz y el extractor encendidos, y el vidrio protector abajo dejando un espacio para poder manipular el reactivo.
- Siempre que diluya un ácido fuerte con agua deberá hacerlo de la siguiente manera. Coloque en el matraz volumétrico o recipiente de vidrio donde va a llevar a cabo la dilución, la mitad del volumen total de agua indicado en la preparación del reactivo, añada el ácido manteniendo el recipiente receptor en un cierto ángulo que asegure que la boca del recipiente señale hacia el lado contrario de su cara o la de su compañero. **iNunca añade agua al ácido!**
- Se deberá etiquetar todo el material de vidrio con el nombre del reactivo, la concentración a la que esté preparado, fecha y nombre o número de equipo.
- Los frascos de los reactivos deben cerrarse inmediatamente después de su uso, durante su utilización los tapones o las tapas deben colocarse siempre boca arriba sobre la mesa.
- No deben manipularse jamás productos o disolventes inflamables en las proximidades de un mechero encendido o de la flama de un encendedor.
- Al agitar moderadamente un tubo de ensayo golpee con la punta del dedo la base del tubo. Cuando requiera una agitación vigorosa por inversión del recipiente, tápelo con un tapón de rosca o con parafilm, nunca lo haga con la mano.
- Si algún reactivo se derrama, debe limpiarse inmediatamente dejando el lugar perfectamente ordenado. Las salpicaduras de sustancias básicas deben neutralizarse con un ácido débil (por ejemplo con ácido cítrico) y las de sustancias ácidas con una base débil (por ejemplo con bicarbonato sódico).
- No deben verterse residuos sólidos en los fregaderos, para ello deben emplearse los recipientes para residuos que se encuentran en el laboratorio.
- No calentar nunca enérgicamente una disolución. La ebullición debe ser siempre suave, si hay necesidad utilice perlas de vidrio para conseguir una ebullición homogénea y suave.
- El mechero debe cerrarse una vez utilizado, tanto de la llave del propio mechero como de la toma del gas de la mesa.
- Las disoluciones y recipientes calientes deben manipularse con cuidado. Para la introducción y extracción de recipientes de muflas, hornos y estufas deben utilizarse pinzas largas (como las que se usan para el manejo de crisoles en las muflas) y/o guantes para manejo de objetos calientes.

- No se deben oler directamente los vapores de sustancias volátiles, cuando se requiera dirija los vapores con las manos hacia la nariz para percibirlos.
- Nunca regrese reactivos (sólidos o líquidos) al recipiente original, a menos que esté seguro de su buen manejo y de que no están contaminados.

Grados o calidades de reactivos químicos en el laboratorio

De acuerdo a su uso, pureza y residuos los reactivos se clasifican en varios grados.

Grado técnico o comercial

Su calidad no está garantizada y por ello no se utilizan para análisis químico, pueden usarse en experimentos cualitativos donde no se requiere cuantificar ni obtener resultados exactos.

Grado USP (*United States Pharmacopeia*)

Cumplen con las especificaciones que exigen las norma de Estados Unidos en cuanto a contenidos máximos de contaminantes dañinos a la salud. Pueden contener contaminantes no peligrosos, pero que interfieren en determinados procesos analíticos por lo que su uso no es aconsejable para estos propósitos.

Grado reactivo

Estas sustancias cumplen las especificaciones del Comité de Reactivos Químicos de la Sociedad Química Americana (Reagent Chemical Committee of the American Chemical Society) y son los indicados para el trabajo analítico. Se identifican por las siglas en inglés ACS que aparecen en la etiqueta, la cual además declara el porcentaje máximo de impurezas permitido por dicha entidad internacional, así como el porcentaje de las impurezas que contiene.

Grado estándar primario

Son de alta pureza, se emplean como patrones primarios en la preparación de soluciones estándares.

Simbología para denotar los riesgos de los reactivos químicos

Existen diversos sistemas convencionales para dar a conocer mediante símbolos los riesgos de las sustancias químicas, los más usuales son:

Números de riesgo de la Organización de Naciones Unidas (ONU)

Diamante de la National Fire Protection Association (NFPA).

Sistema del Departamento de Transporte de los Estados Unidos (DOT).

Códigos de riesgo de empresas fabricantes de reactivos químicos, como Merck y Baker.

De los sistemas anteriores el más común es el de NFPA cuyo símbolo es un rombo (Fig. 5) que representa visualmente la información sobre tres categorías de riesgo: salud, inflamabilidad y reactividad; identificadas y clasificadas en una escala del 0 al 4, dependiendo del grado de peligro que presenten. Adicionalmente, señala riesgos específicos como poder oxidante, corrosividad, si se trata de un compuesto radiactivo, su reactividad con el agua y si tiene carácter ácido, básico o neutro.

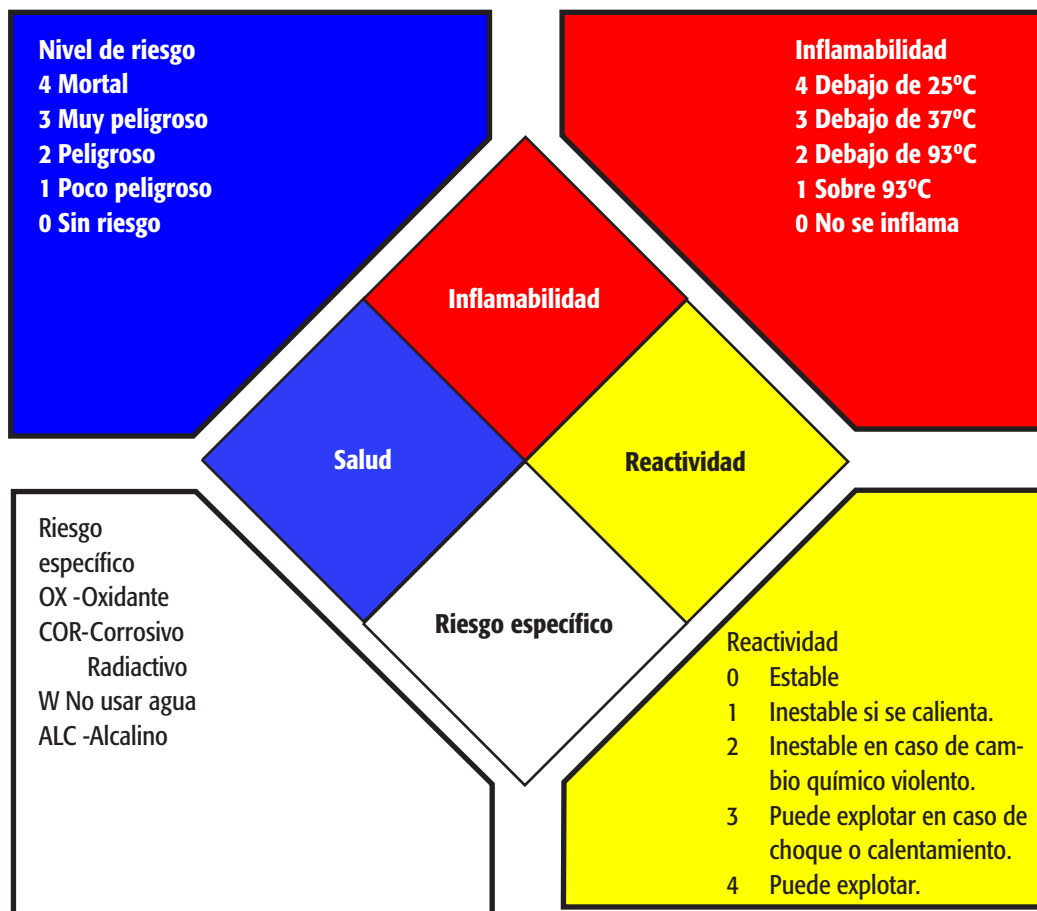


Figura 5. Símbolo en forma de rombo o diamante de la National Fire Protection Association (NFPA).

En cuanto a los símbolos de riesgo empleados por las empresas fabricantes de reactivos químicos, algunos se encuentran ejemplificados en la Fig. 6. Finalmente, la Fig. 7 presenta algunos símbolos de riesgo empleados en laboratorios e industrias.



Figura 6. Algunos símbolos de riesgo empleados por las compañías fabricantes de reactivos químicos.



Figura 7. Otros símbolos de riesgo empleados en laboratorios, plantas piloto e industrias.

Código de colores para tuberías de servicios de laboratorios

Tuberías de	color
Agua	azul
Gas	Amarillo
Aire	verde
Electricidad	rojo

Sistema internacional de unidades y formas de expresar cantidades

Existe un Sistema Internacional de Unidades (SI) el cual rige como se deben expresar las unidades en el campo científico, es un sistema decimal en el que las magnitudes difieren de la cantidad fundamental en potencias de diez mediante el uso de prefijos, como múltiplos o como submúltiplos, de la unidad básica. Por ejemplo, el prefijo kilo significa mil veces (10^3) la unidad básica y se simboliza por k.

Abreviaturas Más Usuales en Química

l	litro
mg	miligramo
ml	mililitro
% Alc. Vol.	por ciento de alcohol en volumen a 20°C
°C	grados Celsius
K	grados Kelvin
°F	grado Fahrenheit
N	normalidad
kg	kilogramo
g	gramo
µg	microgramos
µl	microlitro
m/v	masa sobre volumen
M	molaridad
m	molalidad

¿Qué son las Cifras Significativas?

Los dígitos que no cambian al sumar y restarle la incertidumbre a la medida, contados de izquierda a derecha.

El número de cifras significativas se obtiene contando los dígitos de los que estamos seguros porque no cambian con la incertidumbre. Para conocer este número necesitamos identificar en qué posición decimal se ubica la incertidumbre y cómo afecta a los dígitos correspondientes de la medición. En el ejemplo del Cuadro 1, la incertidumbre se localiza en la segunda posición después del punto y por lo tanto, el número de cifras significativas es 3.

Cuadro 1. Ejemplo para ilustrar como obtener el número de cifras significativas.

Datos Obtenidos al Aplicar un Método Experimental de Medición			
Valor central	Valor máximo	Valor mínimo	Cifras significativas
23.863 m	23.885 m	23.841 m	3

Redondeo de las Cifras Significativas

Un aspecto importante al reportar el resultado de operaciones matemáticas con números obtenidos de mediciones es el redondeo de cifras, el cual debe hacerse para expresar dicho resultado correctamente. Para ello deben tenerse en cuenta las siguientes normas:

- Si la cifra siguiente a la que se ha de redondear es menor de 5, la cifra por redondear se deja como tal. Por ejemplo, al redondear a 3 cifras el número 0.438497, éste queda como 0.438.
- Si la cifra siguiente a la que se ha de redondear es mayor de 5, la cifra por redondear se aumenta en una unidad. Así, el número 0.346013 redondeado a dos cifras significativas queda como 0.35.
- Si la cifra siguiente a la que se ha de redondear es exactamente 5, la cifra por redondear se aumenta en una unidad *si es impar*, o se deja como tal *si es par*. Por ejemplo, al redondear a 4 cifras significativas el número 7.01350 el resultado es 7.014, y al redondear a 2 cifras significativas el número 3.4500, el resultado es 3.4.

Asimismo, el número de cifras decimales en el resultado de operaciones de adición o sustracción está determinado por el sumando con el menor número de decimales. Por ejemplo, el resultado de la operación:

$$0.43 \text{ g} + 132.1 \text{ g} - 18.46 \text{ g} + 0.0021 \text{ g} - 35.49 \text{ g} = 78.5821 \text{ g}$$

debe redondearse a **78.6 g** ya que el sumando 132.1 g es el que posee el menor número de decimales (un solo decimal) y el resultado debe tener, por tanto, un solo decimal.

Conceptos de Precisión y Exactitud

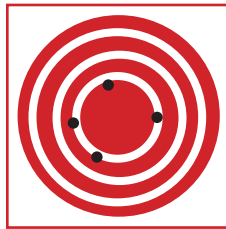
En ingeniería, ciencia, industria y estadística los términos exactitud y precisión no son sinónimos y por lo tanto, no son equivalentes. A continuación se definen ambos términos

Precisión

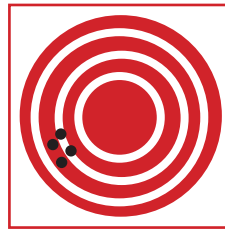
Se refiere a la dispersión del conjunto de valores obtenidos de mediciones repetidas de una magnitud. Cuanto menor es la dispersión mayor la precisión. Una medida común de la dispersión o variabilidad de los datos es la desviación estándar, la cual se utiliza para describir la reproducibilidad de los resultados experimentales. Se puede definir como el nivel de similitud entre los valores numéricos de varias medidas de la misma propiedad, realizadas bajo las mismas condiciones experimentales.

Exactitud

Se refiere a que tan cerca del valor real se encuentra el valor medido. En términos estadísticos, la exactitud está relacionada con el sesgo de una estimación. Cuanto menor es el sesgo más exacta es una estimación. La Fig. 8 ilustra ambos conceptos.



Alta exactitud, pero baja precisión.



Alta precisión pero baja exactitud

Figura 8. Tiro al blanco para ilustrar la diferencia entre exactitud y precisión.

En la Fig. 8 aparece el resultado de varios tiros con arco hacia un objetivo. La exactitud describe la proximidad de las flechas al centro del objetivo, las flechas que llegaron más cerca del centro se consideran más exactas. Cuanto más cerca están las medidas a un valor real o aceptado, más exacto es el sistema de medición.

La precisión, en este ejemplo, es la distancia entre los impactos de las flechas, es decir, que tan distantes quedaron unos de otros; cuanto más cercanos entre sí hayan quedado estos impactos, más precisos fueron los lanzamientos. Similarmente, entre más cercanos estén los resultados de varias mediciones efectuadas, más preciso será el sistema de medición. En sí, se puede decir que la precisión es el grado de repetitividad del resultado.

Hay que notar que el hecho de que las flechas estén muy cercanas entre sí es independiente al hecho que estén cerca del centro del objetivo. Resumiendo, se puede decir que exactitud es el grado de veracidad, mientras que precisión es el grado de reproducibilidad.

Ejemplo. Un reloj analógico, de manecillas, desplaza su minutero “sólo de minuto en minuto”, si bien lo hace en absoluta sincronía con el horario oficial o “real” (el objetivo en el tiro al blanco). Un segundo reloj utiliza minutero, segundero e incluso está dotado de un sistema de medición de décimas de segundo, sin embargo observamos que su horario no coincide plenamente con el horario oficial o real (que sigue siendo el objetivo). Por lo tanto, concluiremos que el primer reloj es altamente exacto, aunque no sea preciso, mientras que el segundo, es altamente preciso, aunque no se muestra exacto.

La Media Aritmética

En una medición experimental se obtiene un resultado, al realizar varias corridas cada una dará un valor distinto, ¿Qué valor se reportará como resultado del ensayo? El resultado numérico representativo de una serie de pruebas es **la media aritmética** de los resultados individuales, la cual se encuentra dividiendo la suma de los resultados entre el número de determinaciones en serie y se expresa matemáticamente como sigue:

$$\frac{\sum X_i}{N} = \bar{X}$$

donde:

\bar{X} representa la media aritmética.

X_i representa el resultado numérico de la i -ésima corrida

N es el número total de corridas.

El Error Experimental

La exactitud de un resultado se expresa mediante el error experimental que es la diferencia entre el valor real o aceptado (medición correcta) y el obtenido experimentalmente. El *error* puede expresarse en *por ciento* de la medición correcta o también como un porcentaje de todo el rango de medición del instrumento utilizado.

$$E (\%) = [\text{dato obtenido} - \text{dato verdadero o correcto} / \text{dato verdadero o correcto}] \times 100$$

Otra forma de expresar el error experimental es mediante el **error absoluto** que es la diferencia entre el valor experimental y el valor verdadero.

$$E_a = \text{Valor verdadero o correcto} - \text{Valor experimental}$$

La Desviación Estándar

La precisión de un resultado se puede expresar mediante la desviación estándar que es una medida de la dispersión de los resultados obtenidos experimentalmente.

Ejemplo

Aquí se muestra como calcular la desviación estándar de un conjunto de datos. Los datos representan la edad de los miembros de un grupo de niños. { 4, 1, 11, 13, 2, 7 }.

1. Calcular el promedio o media aritmética \bar{x} .

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

En este caso, $N = 6$ porque hay seis datos:

$$X_1 = 4$$

$$X_2 = 1$$

$$X_3 = 11$$

$$X_4 = 13$$

$$X_5 = 2$$

$$X_6 = 7$$

l = número de datos para calcular la desviación estándar

$$\bar{x} = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 x_i \text{ Sustituyendo } N \text{ por } 6$$

$$\bar{x} = \frac{1}{6} (x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5 + x_6)$$

$$\bar{x} = \frac{1}{6} (4 + 1 + 11 + 13 + 2 + 7)$$

$\bar{x} = 6.33$ Este es el promedio.

2. Calcular la desviación estándar σ

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{5} \sum_{i=1}^6 (x_i - \bar{x})^2} \text{ Sustituyendo } N - 1 \text{ por } 5; (6 - 1)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{5} \sum_{i=1}^6 (x_i - 6.33)^2} \text{ Sustituyendo } \bar{x} \text{ por } 6,33$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{5} [(4 - 6.33)^2 + (1 - 6.33)^2 + (11 - 6.33)^2 + (13 - 6.33)^2 + (2 - 6.33)^2 + (7 - 6.33)^2]}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{5} [(-2.33)^2 + (-5.33)^2 + 4.67^2 + 6.67^2 + (-4.66)^2 + (0.67^2)]}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{5} (5.43 + 28.4 + 21.8 + 44.5 + 18.7 + 0.449)}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{119.28}{5}}$$

$$\sigma = \sqrt{23.86}$$

$\sigma = 23.86$ Éste es el valor de la desviación estándar

Bibliografía

Direcciones Electrónicas

El Circo de la Ciencia.

 <http://ciencias.unizar.es/circo/images/chemistry.jpg>

Fundación CIENTEC

 <http://www.cientec.or.cr/exploraciones/ponenciaspdf/WagnerCastro.pdf>

 Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales. **España**.

 http://www.mtas.es/insht/ntp/ntp_459.htm

 Universidad de Antioquía. Vicerrectoría de **Docencia**

 <http://docencia.udea.edu.co/cen/tecnicaslabquimico/01intro/intro01.htm>

 <http://www.texca.com/simbolos.htm>

- TEXCA. **Tecnología** de Equipos a Prueba de Explosión.

Libros

 Osorio Giarldo Rubén D., 2009. *Manual de técnicas de laboratorio químico*. Medellín, Colombia. Ed. Universidad de Anioquia.

 Rubinson, Judith, R., Rubinson Kenneth A. 2000 *Química Analítica Contemporánea*. New Jersey, U.S.A. Primera edición. Prentice hall Hispanoamericana, S.A.

Practica 1

Preparación de disoluciones

Introducción

En la naturaleza encontramos dos clases de sustancias puras, los elementos y los compuestos, las demás son mezclas. Una mezcla o dispersión consiste en dos o más sustancias puras, separables por medios físicos, cuyas propiedades dependen de su composición y de las propiedades de las sustancias que la componen. Las mezclas son de dos tipos: heterogéneas y homogéneas. Una mezcla heterogénea no es completamente uniforme y sus componentes son distinguibles, en ocasiones, a simple vista (por ejemplo, una mezcla de azúcar y arena). Una mezcla homogénea por el contrario tiene apariencia uniforme, las disoluciones son ejemplos de mezclas homogéneas.

En una disolución, las partículas dispersas son invisibles a simple vista, ya que son partículas de dimensiones atómicas con diámetro menor de 1 nm, no pueden detectarse por métodos ópticos y atraviesan las membranas permeables, tampoco pueden separarse por filtración, ni ultracentrifugación. Las disoluciones no presentan opalescencia porque las partículas disueltas no dispersan la luz pero sí pueden absorberla y tener color. En el cuerpo humano por ejemplo, los nutrientes están disueltos en la sangre, la cual los transporta a todas las células donde se incorporan a un sinnúmero de reacciones bioquímicas que en conjunto conocemos como metabolismo. Otros ejemplos de dispersiones homogéneas son las disoluciones salinas fisiológicas y las de glucosa, urea y aminoácidos contenidos en la sangre.

Al hablar de disoluciones es muy común usar los términos soluto y disolvente. El *disolvente*, también conocido como *componente continuo o dispersor*, es el que se encuentra en mayor cantidad y su estado físico no cambia cuando se forma la disolución. Todos los demás componentes que se disuelven en el disolvente se llaman **solutos** o bien componentes *dispersos o discontinuos*. Durante el proceso de disolución de los solutos se debe suministrar energía para romper las fuerzas que mantienen unidas las partículas de soluto entre sí y separarlas en iones o moléculas individuales. En general, la energía que se requiere para romper los enlaces entre las partículas del soluto es aportada por la que se libera cuando interactúan las moléculas de soluto y disolvente.

Un aspecto importante de los solutos es su *solubilidad*, que es la capacidad que tienen para disolverse en otra sustancia y se mide como la cantidad máxima de soluto que se puede disolver en un volumen definido de disolvente, a una temperatura y presión determinadas. En el caso de las mezclas gas en gas, la solubilidad es ilimitada, mientras que en el resto de las disoluciones existe un límite a la cantidad de soluto que se puede disolver en un volumen. La solubilidad se mide como el *coeficiente de solubilidad* o simplemente solubilidad. Para los líquidos y sólidos, la solubilidad se reporta en gramos de soluto por 100 g de disolvente (Brady, 2003).

Disoluciones acuosas

Los disolventes polares como el agua, tienen dipolos cuyo extremo positivo atrae a los iones negativos del soluto y el extremo negativo del agua a los iones positivos de soluto, estos enlaces llamados ión-dipolo. Individualmente son débiles pero en grandes cantidades, como sucede en las disoluciones, aportan suficiente energía para vencer la atracción electrostática que mantiene unidos a los iones en el cristal sólido. En la disolución, cada ión está rodeado por muchas moléculas de disolvente por lo que se dice que está *solvatado* y si el disolvente es agua, entonces se dice que está *hidratado*.

Por otro lado, para que un disolvente pueda disolver compuestos iónicos debe tener también una constante dieléctrica elevada, que le permita disminuir la atracción entre iones de carga opuesta, una vez que se encuentran solvatados. El agua debe sus relevantes propiedades como disolvente de sustancias iónicas a su polaridad y su elevada constante dieléctrica. Además, el agua forma "puentes de hidrógeno", lo que le permite disolver también compuestos polares, aunque no sean iónicos.

Cuando se quiere indicar la cantidad relativa de soluto y disolvente presentes en una disolución, se usa el término de *concentración*. Existen dos maneras de expresar la concentración, en una se indica la cantidad de soluto en relación con la cantidad de disolución y en la otra, la cantidad de soluto con respecto a la cantidad de disolvente. Las formas más comunes de expresar la concentración corresponden al primer tipo y son: *molaridad*, *normalidad*, *osmolaridad*, *fracción molar* y *por ciento*. Entre las formas más útiles del segundo tipo están la *molalidad* y la *osmolalidad*

Expresiones de Concentración en Términos de la Cantidad de Solute por Cantidad de Disolución

Vale la pena recordar aquí que un *mol* es la cantidad de sustancia que contiene el número de Avogadro (*NA*) de partículas elementales, átomos, iones o moléculas y que *NA* es igual a 6.022×10^{23} . Un mol de cualquier sustancia es la cantidad en gramos igual a su peso o masa molecular (*PM*), así se tiene que un átomo-gramo de hidrógeno es 1 gramo de hidrógeno; un átomo-gramo de sodio son 23 gramos de sodio; un átomo-gramo de potasio son 39 gramos de potasio; y un átomo - gramo de cloro son 35.5 gramos de cloro. Ahora bien, los átomos se unen para formar moléculas; por ejemplo, el carbono, el oxígeno y el hidrógeno se unen para formar, entre otras sustancias, glucosa cuya fórmula condensada es $C_6H_{12}O_6$. La masa molecular de la glucosa es la suma de las masas de los átomos constituyentes, a saber: el carbono es 12×6 , sumado al hidrógeno 1×12 , más el oxígeno 16×6 lo que resulta en una masa molecular total igual a 180 átomos-gramo o gramos por mol de glucosa; esta masa puede ser expresada en gramos y, si cuando se habla de átomos se le llamaba átomo-gramo, cuando se refiere a moléculas, se le denomina molécula-gramo o mol.

Molaridad. Se define como el número de *moles* de soluto en un litro de disolución. Se representa con la letra **M** y sus unidades son $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Es importante notar que esta forma de expresar la concentración indica la cantidad de soluto por cantidad de disolución total y no de disolvente, esto quiere decir que si se disuelve en agua 1 mol de glucosa (180 gramos por mol) y se añade agua suficiente ("se afora") hasta completar un litro, se obtiene una disolución molar (1.0 M) de glucosa. La manera mas conveniente de calcular la molaridad de una disolución es utilizando la siguiente ecuación.

$$M = \frac{g_{\text{solute}}}{PM \cdot V}$$

Donde:

M = es la molaridad ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)

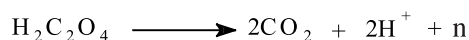
g_{solute} = es la cantidad de soluto en la disolución (g)

PM = peso molecular del soluto ($\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)

V = volumen de disolución (L)

Normalidad. Es el número de *equivalentes químicos* (# eq) de soluto, disueltos en un litro de disolución. Se representa con la letra **N** y sus unidades son $\text{eq}\cdot\text{L}^{-1}$. El equivalente químico de una sustancia depende del tipo de reacción en la que va a participar dicha sustancia. El *peso equivalente químico* se calcula dividiendo el peso molecular entre la valencia del compuesto en la reacción considerada, y el equivalente químico será la cantidad en gramos igual al peso equivalente de la sustancia.

En reacciones ácido - base la valencia será igual al número de protones donados por el ácido o aceptados por la base, en cambio, en reacciones de óxido - reducción será el número de electrones que gana o pierde un átomo o molécula. Un ejemplo es cuando el ácido oxálico $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, se oxida para producir CO_2 según la reacción:



En donde el número de equivalentes por mol de soluto (n) es igual al número de electrones ganados o perdidos, por lo tanto, el número de equivalentes químicos para una disolución de ácido oxálico (con un peso molecular de 90 g/mol) es:

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{90 \text{ g mol}^{-1}}{2 \text{ Eq mol}^{-1} \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 45 \frac{\text{g}}{\text{Eq}}$$

En disoluciones de ácidos y bases, n es el número de H^+ que proporciona una unidad fórmula de ácido o también el número de OH^- que suministra una unidad fórmula de la base. La forma matemática para calcular la normalidad de una disolución es:

$$N = \frac{g_{\text{solute}}}{\text{Peso Equivalente} \cdot V}$$

Donde:

N = es la normalidad ($\text{eq}\cdot\text{L}^{-1}$)

g_{solute} = es la cantidad de soluto en la disolución (g)

$$\text{Peso Eq} = \frac{g_{\text{solute}}}{\# \text{ Equivalente}}$$

V = volumen de disolución (L)

Las expresiones de molaridad y normalidad están relacionadas a través de la valencia y por ello se puede plantear la siguiente equivalencia:

$$N = n \times M$$

Donde:

N = normalidad (eq·L⁻¹)

M = molaridad (mol·L⁻¹)

n = número de electrones transferidos por unidad de fórmula.

Osmolaridad. Se define como el número de *osmoles* de soluto por litro de disolución, se representa con el símbolo **Os** y tiene unidades de osmol·L⁻¹. El *osmol* es la cantidad de soluto que ejerce una presión osmótica igual a la de un mol de partículas disueltas, que es de 22.4 atmósferas a 25 °C; cuando los solutos no se disocian la osmolaridad (Os) y la molaridad (M) son iguales, pero en solutos disociables, la osmolaridad depende del *grado de disociación*.

Fracción Molar. Es la fracción del total de moles de una sustancia en disolución, que representa el número de moles de un componente particular. Su símbolo es "**x**" y se calcula dividiendo el número de moles del *i*ésimo componente (**n_i**) entre el número total de moles en la disolución (**n_T**):

$$x_i = \frac{n_i}{n_T}$$

Donde:

x_i = fracción mol del componente "*i*" o del soluto "*i*" en la disolución

n_i = número de moles del componente "*i*" o del soluto "*i*" en la disolución (mol)

n_T = suma total de moles de los "*i*" componentes en la disolución (mol)

Como se puede ver en la ecuación, la fracción molar es un número adimensional y la suma de las fracciones molares de todos los componentes de la disolución siempre es igual a uno.

Por ciento. Expresa la concentración como partes de soluto por cada cien partes de disolución. Para preparar una disolución porcentual se considera que las sustancias "químicamente puras" están formadas sólo por soluto, es decir, están al 100%. Según las unidades en que se expresen las partes de soluto y disolvente la concentración porcentual pueden tener múltiples formas, las más comunes son:

Por ciento peso en peso (% p/p). También llamado peso porcentual, es el número de gramos de soluto en 100 g de disolución y es la forma en que se expresa la pureza de los reactivos químicos. Se representa como % p/p y la forma de calcularlo es:

$$\% \frac{p}{p} = \frac{g_{\text{solute}}}{g_{\text{solute}} + g_{\text{disolvente}}} \times 100 \quad \text{ó} \quad \% \frac{p}{p} = \frac{g_{\text{solute}}}{g_{\text{disolución}}} \times 100$$

Así pues en una disolución de cloruro de sodio al 5.0% en peso, 5.0 gramos de NaCl se disuelven en 95.0 gramos de agua. Por ejemplo, los ácidos clorhídrico, sulfúrico, etc. son envasados de esta manera. Así, para al ácido clorhídrico (HCl) al 37% (p/p) en cada 100 gramos de disolución, 37 gramos son de HCl puro.

Por ciento volumen en volumen (% v/v). Es el número de mililitros de soluto en 100 mililitros de disolución.

Por ciento peso en volumen (% p/v). Es el número de gramos de soluto en 100 mililitros de disolución y es la forma más común de las expresiones porcentuales.

Moles por ciento (moles %). Es el número de moles de soluto disueltas en 100 mililitros de disolución.

Milimoles por ciento (mmoles %). Es el número de milimoles de soluto disueltas en 100 mililitros de disolución. Un milimol es la milésima parte de un mol.

Miliequivalentes por ciento (meq %). Es el número de miliequivalentes químicos de soluto en 100 mililitros de disolución. Un miliequivalente químico es la milésima parte del peso de un eq. Esta forma de expresar la concentración es muy utilizada en química clínica.

Los por cientos en peso y peso/volumen se relacionan con la densidad (ρ) de la siguiente manera:

$$\% \frac{P}{V} = \left(\% \frac{P}{P} \right) \cdot (\rho)$$

El % p/p puede también relacionarse con la molaridad (**M**) y normalidad (**N**) mediante las siguientes expresiones:

$$M = \frac{\left(\% \frac{P}{P} \right) \cdot \rho \cdot 10}{PM}$$

$$N = \frac{\left(\% \frac{P}{P} \right) \cdot \rho \cdot (\text{Peso equivalente}) \cdot 10}{PM}$$

Expresiones de Concentración en Términos de la Cantidad de Solute por Cantidad de Disolvente

Molalidad. Es el número de moles de soluto disueltos en 1000 gramos de disolvente. Se representa con la letra **m** y sus unidades son mol·Kg⁻¹. La principal ventaja de esta forma de expresar la concentración es que su valor no cambia con la temperatura, como sucede con la molaridad, pero como en el trabajo práctico es más fácil medir volúmenes que masas, sólo se emplea la molalidad cuando se sabe que la temperatura va a cambiar durante el proceso a estudiar.

Osmolalidad. Se define como el número de osmoles de soluto por kilogramo de disolvente. Como los procesos biológicos se llevan a cabo siempre a temperatura prácticamente constante, esta forma de expresar la presión osmótica casi no se usa en bioquímica (Burns, 2003).

Proceso de dilución de las disoluciones

¿Qué pasa cuando ya se tiene una disolución de cierta concentración (disolución madre) y se desea obtener, a partir de ésta, una nueva disolución con una menor concentración? A este proceso se le conoce como **dilución**, y en su cálculo se utiliza la siguiente ecuación:

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

Donde:

V_1 = Volumen de la disolución madre que se deberá tomar para obtener la nueva disolución

C_1 = Concentración de la disolución madre

V_2 = Volumen que se desea obtener de la nueva disolución

C_2 = Concentración que tendrá la disolución nueva

Las concentraciones pueden estar expresadas en términos de molaridad, normalidad, porcentuales, molales u otras.

Disoluciones sobresaturadas, saturadas, concentradas, diluidas y muy diluidas

Tomando como referencia la cantidad de soluto disuelto y su solubilidad las disoluciones pueden ser *sobresaturadas*, *saturadas*, *concentradas*, *diluidas* y *muy diluidas*. Una disolución *sobresaturada* contiene una cantidad de soluto mayor de la que el disolvente puede disolver a la temperatura actual; por lo general, este tipo de disoluciones existe en equilibrio con un exceso de soluto, que está fuera de la disolución en forma de precipitado y con el cual las moléculas de soluto se intercambian constantemente. Una disolución está *saturada* cuando contiene la máxima cantidad de soluto que la cantidad presente de disolvente puede disolver, en las condiciones de presión y temperatura existentes, y por lo tanto es inestable, cualquier disturbio la hace precipitar. Una disolución *concentrada* contiene una cantidad menor de soluto que la necesaria para saturarla a la temperatura en que se encuentra, pero que se aproxima a ella; en forma práctica, las disoluciones mayores a 1.0 M se consideran concentradas. Las disoluciones *diluidas* contienen una pequeña fracción del total de soluto que pueden disolver; en la práctica la concentración de una disolución diluida es menor de 1.0 M pero mayor de 0.01 M. Finalmente, las disoluciones *muy diluidas* son aquellas cuya concentración es menor a 0.01 M (Skoog *et al*, 2008, Whitten *et al*, 1992).

Objetivos

El alumno deberá ser capaz de realizar los cálculos de la concentración de diversas disoluciones, llevar a cabo su preparación y distinguir las diferencias entra las distintas formas de expresar su concentración.

Materiales y reactivos

Balanza analítica

1 espátula

4 vasos de precipitados de 100 mL

4 matraces volumétricos de 100 mL

3 pipetas graduadas de 10 mL

1 propipeta

1 agitador magnético

1 varilla de vidrio

1 piseta

1 probeta de 100 mL

1 pipeta Pasteur con bulbo

Cloruro de sodio

Sacarosa

Etanol

Ácido sulfúrico

Ácido clorhídrico

Hidróxido de sodio

Carbonato de sodio

Agua destilada (disolvente)

Procedimiento

Preparación de 100 mL de disolución 0.10 M de carbonato de sodio

Pese en un vaso de precipitados de 100 mL, 1.0600 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3). Recuerde registrar el peso mostrado en la balanza. Añada una porción de agua para disolver con agitación completamente la sal. Transfiera la disolución a un matraz volumétrico de 100 mL con la ayuda de una varilla de vidrio para no derramarla ni gotear. El vaso se lava dos veces con porciones de 2.0 mL de agua y dichas porciones se transfieren al matraz volumétrico. Continúe lentamente la adición de agua hasta llegar al aforo, tape el matraz y agítelo invirtiéndolo varias veces. Haga los cálculos con el fin de rectificar la concentración.

Preparación de 100 mL de una disolución de cloruro de sodio

Pese en una balanza un vaso de precipitados de 100 mL, tare el vaso y adicione con una espátula sal (NaCl), hasta completar 2.0 g. Recuerde registrar el peso mostrado en la balanza. Mida 90.0 mL de agua y adiciónelos al vaso que contiene la sal y agite hasta completa disolución del sólido, transfiera la disolución a un matraz volumétrico de 100 mL y llévelo a volumen con agua. Calcule la concentración de NaCl en molaridad (M) y en % p/p.

Preparación de 100 mL de una disolución de etanol

Con una pipeta graduada mida 7.0 mL de etanol al 95% y deposítelos en un matraz volumétrico de 100 mL. Adicione agua para mezclar y posteriormente afore con agua. Determine cual es la concentración molar (M) y en % v/v.

Preparación de 100 mL de HCl 0.10 M, a partir de HCl concentrado (37% p/p y densidad de 1.18 g/mL)

Coloque 50.0 mL de agua en un matraz volumétrico de 100 mL. Con ayuda de una propipeta y en una campana de extracción de vapores, tome el volumen necesario de ácido concentrado para preparar la disolución requerida. Agregue el ácido lentamente al matraz con agua, deslizándolo gota a gota por las paredes del recipiente. Agite ligeramente la disolución y lleve hasta el aforo con agua. Tape el matraz y agítelo nuevamente.

Preparación de 100 mL de H_2SO_4 0.20 N, a partir de H_2SO_4 concentrado (98% p/p y densidad de 1.87 g/mL)

Coloque 50.0 mL de agua en un matraz volumétrico de 100 mL. Con ayuda de una propipeta y en una campana de extracción de vapores, tome el volumen necesario de ácido concentrado para preparar la disolución requerida. Agregue el ácido lentamente al matraz con agua, deslizándolo gota a gota por las paredes del recipiente, agite ligeramente la disolución y lleve hasta el aforo con agua, tape el matraz y agite nuevamente.

Recuerde: nunca pipetee un ácido, y ningún reactivo en general, con la boca y siempre adicione el ácido al agua, inunca el agua al ácido! Use su bata cerrada (completamente abotonada) y trabaje en la campana de extracción cuando se trate de ácidos fuertes.

Preparación de 100 mL de una disolución 1.0 N de NaOH

Empleando KOH puro, diseñe un método para preparar 100 mL de disolución 1.0 N. Escriba el procedimiento con los cálculos a seguir, discútalos con el profesor y luego proceda a la preparación de la disolución.

Reporte de la práctica






Al terminar el desarrollo experimental, deberá entregar al profesor el registro de los pesos o volúmenes medidos durante la sesión, ya que efectuará un análisis del desempeño grupal a través del cálculo del promedio, desviación estándar y coeficiente de variación.

En el reporte de resultados deberá registrar los cálculos efectuados para cada una de las disoluciones preparadas, así como expresar las concentraciones experimentales en las diferentes formas como son normalidad, molaridad, y por ciento en peso y volumen, tomando como base el volumen adicionado con la pipeta y /o el peso registrado en la balanza.

Cuestionario

1. ¿Cómo prepararía 200 mL de una disolución 2.0 N de NaHCO_3 ?
2. ¿Qué le pasará a la concentración de una disolución 1.0 M de HCl si se deja largo tiempo en un recipiente destapado?
3. ¿Qué entiende cuando le piden preparar un litro de una disolución de NaCl a una concentración de 20 partes por millón (ppm)? ¿Qué cálculos haría?
4. ¿Qué peso de NaOH se necesita para preparar 500 mL de una disolución 0.10 M?
5. El frasco de donde se obtuvo el H_2SO_4 tiene las siguientes especificaciones: peso molecular = 98.08 g/mol, densidad = 1.87 g/mL, % de pureza = 98.0. Reporte la concentración de H_2SO_4 en:
 - a. % Peso
 - b. % Peso/volumen
 - c. Molaridad
 - d. Normalidad

Bibliografía

-  Brady James. E. 2003. *Química Básica. Principios y Estructura*. 2ª edición, Editorial Limusa Wiley, México.
-  Burns Ralph A. 2003. *Fundamentos de Química*. 4ª edición, Pearson Education, México D. F.
-  Skoog Douglas Arvid., West Donald M., Holler James F., Crouch Stanley R. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición, Thomson Learning, México.
-  Whitten Kenneth. L. Gailey Kenneth. D., Davis Raymond. E. 1992. *Química General*. 3ª edición. Editorial Mc Graw –Hill Interamericana de México.
-  Ocampo Glafira Angeles. 1991. *Fundamentos de Química III*, Editorial Publicaciones Cultural México, D. F.

Práctica 2

Determinación gravimétrica de calcio como oxalato de calcio monohidratado

Introducción

En una determinación gravimétrica se mide el peso de un compuesto para determinar la cantidad de analito presente en la muestra (Rubinson & Rubinson, 2000). Los análisis gravimétricos pueden ser por desprendimiento, precipitación y electrodeposición (Flascka et al, 1986). Al primer tipo de análisis también se le conoce como termografía (Rubinson & Rubinson, 2000; Skoog et al, 2005) y consiste en medir los cambios de masa de la muestra sujeta a un proceso de calentamiento; en este tipo de análisis es importante realizar el calentamiento en una atmósfera y velocidad controladas.

En la electrodeposición (o electrogravimetría), se determinan los iones metálicos presentes en una disolución depositándolos cuantitativamente en forma de un sólido sobre la superficie de un electrodo (Harris, 2001; Flascka et al 1986; Rubinson & Rubinson, 2000).

En esta práctica realizaremos una precipitación cuantitativa al formar un compuesto de baja solubilidad (K_{ps} de $\text{CaC}_2\text{O}_4 = 1.3 \times 10^{-8}$). El anión oxalato ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) es una base débil por lo que el oxalato de calcio es soluble en ácido y la precipitación del Ca^{2+} deberá hacerse en medio alcalino al elevar el pH lentamente por descomposición térmica de la urea (Harris, 2001).

A fin de que los cristales sean grandes y se puedan filtrar rápidamente se requiere mantener la velocidad de sobresaturación baja, condición que se obtiene al agregar el agente precipitante en forma de disolución diluida y hacerlo lentamente. También es importante evitar excesos locales del agente precipitante ya que éstos conducen al fenómeno de nucleación, en lugar del crecimiento cristalino (Vega et al, 2003, Skoog et al, 2005).

La separación de un precipitado de su líquido madre requiere de una serie de técnicas entre las que se incluyen la decantación y la filtración. El precipitado debe separarse lo más completamente posible de la disolución madre y con un mínimo de contaminación, o cuando menos, que los contaminantes se puedan eliminar durante el lavado del precipitado o durante su calcinación. El precipitado separado se calcina a una temperatura predeterminada con el objetivo de que se transforme en un compuesto de estequiometría conocida, de tal forma que el peso de este compuesto pueda relacionarse al de la sustancia que se determina, por medio de un factor químico que en este caso se llama factor gravimétrico (Flascka et al, 1986, Skoog et al, 2005). El factor gravimétrico se determina con la ecuación:

$$\text{FG} = (\text{masa molar de la sustancia buscada/masa molar de la sustancia pesada}) (\text{FE})$$

En donde:

FG = factor gravimétrico

FE = factor estequiométrico

El factor estequiométrico se obtiene calculando el cociente:

FE = x moles de la sustancia buscada/ y moles de la sustancia pesada

En donde x, y son números enteros que se obtienen al balancear la reacción que tiene lugar durante la formación del precipitado.

Objetivo

El alumno realizará una precipitación cuantitativa del analito (Ca^{2+}) y mediante la determinación de la masa del compuesto formado (oxalato de calcio) obtendrá el contenido del analito en la muestra problema.

Materiales y reactivos

Balanza analítica

Mufla

Horno de Microondas (opcional)

2 matraces volumétricos de 200 mL

1 matraz volumétrico de 100 mL

3 vasos de precipitados de 250 mL

1 pipeta volumétrica de 20 mL

1 matraz volumétrico de 250 mL

1 pipeta graduada de 5 mL

Pinzas de disección

1 propipeta

1 pipeta Pasteur con bulbo

1 probeta de 100 mL

1 crisol de porcelana

1 pinzas para crisol

1 desecador

1 piseta con agua destilada

1 espátula

1 varilla de vidrio

1 vidrio de reloj

1 embudo

1 tripie

1 mechero

1 rejilla de asbesto

1 triángulo de porcelana

Papel filtro Whatman # 41

Hielo

Oxalato de potasio

Acido clorhídrico concentrado

Carbonato de calcio

Rojo de metilo

Urea

Procedimiento

Preparación de Reactivos y Muestra Problema para un grupo de 10 equipos

- Disolución de oxalato de potasio.** Pese 10 gramos de oxalato de potasio y disuelva completamente con agua destilada en un vaso de precipitado y trasvase a un matraz volumétrico de 200 mL y afore.
- Ácido clorhídrico 0.10 M.** En la campana de extracción, coloque en un matraz volumétrico de 250 mL, 200 mL de agua destilada y añada lentamente y resbalando por la pared, 2.1 mL de HCl concentrado. Mezcle y afore con agua destilada hasta la marca.
- Rojo de metilo al 0.02%.** Pese 0.02 gramos de rojo de metilo y disuélvalo en un vaso de precipitado con 60 mL de etanol, trasvase a un matraz volumétrico de 100 mL y afore con agua destilada. Guardar en frasco ámbar.
- Muestra problema.** En la campana de extracción, prepare 200 mL de una disolución que contenga entre 3 a 3.6 gramos de CaCO_3 y 3.5 mL de HCl concentrado.
(Disuelva el carbonato en el ácido y luego transfíralo al matraz volumétrico con 100 mL de agua. Enjuague varias veces el vaso de precipitado para no perder muestra y afore hasta la marca).

Puesta del Crisol a Peso Constante (hacerlo un día antes)

Lave y seque un crisol de porcelana de porosidad media a 105 °C durante 1-2 h. Colóquelo después en el desecador durante 30 minutos y péselo. Repita este procedimiento hasta que las pesadas sucesivas concuerden dentro de 0.3 mg. Recuerde usar las pinzas para manejar los crisoles o bien una toalla de papel. Si en el laboratorio se dispone de un horno de microondas, puede usarlo para secar los crisoles. Un horno doméstico de 900 W seca el crisol a peso constante en periodos de calefacción de 4 minutos y 2 minutos (dejando 15 minutos de enfriamiento después de cada ciclo). Se requiere comprobar cómo funciona el horno que se utilice a fin de fijar los tiempos apropiados de calefacción (Harris, 2001).

Formación del Precipitado

Mida, empleando una pipeta y propipeta, 20.0 ml de la muestra problema en un vaso de precipitados de 250 mL y adicione 25.0 mL de HCl 0.10 M. Añada 5 gotas de rojo de metilo. Adicione lentamente y con agitación constante cerca de 20 mL del agente precipitante (oxalato de potasio). Saque la varilla y lávela cuidando que el agua caiga dentro del vaso de precipitados. Añada aproximadamente 12 gramos de urea sólida y cubra el vaso con el vidrio de reloj. Caliente suavemente (sin hervir) durante 30 minutos hasta que el indicador vire de rojo a amarillo.

Filtración y Lavado del Precipitado

Doble y coloque el papel filtro dentro del embudo. Emplee la varilla como guía a fin que el material caiga dentro del papel filtro. La filtración de la disolución debe hacerse en caliente. Añada al vaso, donde se realizó la precipitación, cerca de 3 mL de agua enfriada con hielo y emplee la varilla como guía para pasar todo el sólido al papel filtro. Repita este procedimiento hasta que se haya trasferido todo el precipitado. Finalmente, use dos porciones de 10 mL de agua fría para lavar el vaso cada vez y vierta los lavados sobre el precipitado.

Secado del Precipitado

Doble y saque el papel filtro teniendo cuidado de que el precipitado quede protegido y no se pierda, y colóquelo en el crisol que ya está a peso constante y déjelo en la estufa a 105°C de 1 a 2 horas. Posteriormente, coloque el crisol en el desecador durante 30 minutos y péselo. También se puede secar el precipitado en un horno de microondas una vez durante 4 minutos, seguido de varios periodos de 2 minutos, enfriando durante 15 minutos antes de pesar. **El agua de cristalización no se pierde.**

Reporte de la práctica

Datos Obtenidos

Peso del crisol vacío

Peso del crisol con el oxalato

Peso del papel filtro

Cálculos

Peso de $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$






Expresa el contenido de calcio en la disolución problema en términos de:

- a) % peso/volumen
- b) Molaridad

Cuestionario

1. ¿Cuáles son los tipos de precipitados y que características presentan?
2. Defina los siguientes conceptos en sus propias palabras: disolución saturada, disolución sobresaturada, nucleación, crecimiento cristalino, digestión del precipitado, precipitación, y Kps.
3. ¿Cuántos tipos de contaminación existen y como pueden eliminarse?
4. Calcule la Kps para el AgCl sabiendo que la concentración en el equilibrio para los iones es de 1.34×10^{-5} M
5. ¿Qué masa de yodato de plata se puede obtener a partir de 0.50 g de yodato de sodio? Suponga que la solubilidad del AgIO_3 en agua es despreciable.
6. Una alícuota de 50.0 ml de una disolución que contiene 0.500g de cloruro de bario se mezcla con 50.0 mL de una disolución que contiene 0.600 g de yodato de sodio. Suponga que la solubilidad del yodato de bario en agua es despreciable, calcule: a) La masa que precipita como yodato de bario y b) la masa del compuesto que queda sin reaccionar.

Bibliografía

-  Judith F. Rubinson & Kenneth, A. Rubinson., 2000. *Química Analítica Contemporánea*. 1ª edición. Prentice Hall, México.
-  Flaska, H.A., Barnard, Jr. A. J., Sturrock, P.E., 1986. *Química Analítica Cuantitativa*. Vol II. 6ª edición. C.E.C.S.A., México.
-  Harris Daniel C., 2001 *Análisis Químico Cuantitativo*. 2ª edición. Editorial Reverté, S.A. México.
-  Skoog Douglas A., West Donald M., Holler F. James, Crouch Stanley R., 2005. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. International Thomson Editores, México.
-  Vega Avila Elisa, Verde Calvo Ramón, Pérez Cesar María del Carmen, 2003 *La teoría y la práctica en el laboratorio de Química Analítica I*. 1ª edición. Universidad Autónoma Metropolitana, México.

Práctica 3

Valoración de disoluciones ácido-base

Introducción

Las valoraciones son ampliamente utilizadas en química analítica para la determinación de la concentración de ácidos, bases, oxidantes, reductores, iones metálicos, proteínas y muchas otras especies. Las valoraciones o titulaciones se basan en una reacción entre un analito y un reactivo patrón, conocido como valorante. La reacción tiene una estequiometría conocida y reproducible. En una valoración, se determina el volumen (o masa) del valorante necesario para reaccionar de manera completa con el analito y se emplea dicho volumen para obtener la cantidad o concentración del analito (Harris et al., 2001). La valoración se realiza agregando lentamente la disolución patrón desde una bureta a una disolución del analito hasta que la reacción entre los dos se completa.

El **punto de equivalencia** de una valoración es un punto teórico que se alcanza cuando la cantidad de valorante añadido es químicamente equivalente a la cantidad de analito en la muestra. Resulta imposible determinar experimentalmente el punto de equivalencia de una valoración, en su lugar se determina un cambio físico (visual) relacionado con la condición de equivalencia y a este cambio se le llama **punto final** de la valoración. Es muy común agregar **indicadores** a la disolución del analito para producir un cambio físico observable (punto final) cerca del punto de equivalencia. Entre los cambios típicos de los indicadores se tiene la aparición o desaparición de un color, un cambio de color, o bien la aparición o desaparición de turbidez (Skoog *et al.*, 2008).

Tipos de valoraciones

Existen distintos tipos de valoraciones, entre éstas se encuentran las de neutralización, en las que el analito y el valorante experimentan reacciones ácido – base. Se tienen también las valoraciones que implican reacciones de formación de complejos, estos métodos son de particular importancia para la determinación de diversos cationes. Igualmente, existen valoraciones en las que la reacción química implica la transferencia de electrones, estos métodos se denominan valoraciones rédox. En la presente práctica se abordan únicamente las valoraciones ácido – base.

Valoraciones con un patrón primario

Un patrón primario es un reactivo de elevada pureza que sirve como material de referencia en valoraciones volumétricas. Dicho reactivo se emplea para la obtención de disoluciones patrón de concentración perfectamente conocida. La exactitud del método de valoración depende sobre todo de las propiedades de este compuesto. Dentro de los requisitos más importantes de un patrón primario se encuentran los siguientes: a) Alto grado de pureza (>99.9 %); b) Estabilidad a temperatura ambiente, sin cambiar su composición con el secado o con el aumento de temperatura; c) Ausencia de agua de hidratación, para que la composición del sólido no cambie con las variaciones de humedad; d) No absorber CO_2 de la atmósfera; e) Masa molar razonablemente grande para minimizar el error relativo al pesar el patrón.

Objetivo

El alumno empleará patrones primarios para la valoración de disoluciones con propiedades ácido – base y aprenderá el uso adecuado de los correspondientes indicadores.

Materiales y reactivos

- 1 balanza analítica
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte universal
- 1 pinza para bureta
- 3 matraces Erlenmeyer de 250 mL

3 pipetas volumétricas de 10 mL
1 propipeta
1 piseta con agua destilada
2 vasos de precipitados de 250 mL
1 probeta de 100 mL
1 parrilla con agitación magnética
4 matraces volumétricos de 100 mL
2 frascos con gotero
1 varilla de agitación
1 barra magnética
2 cápsulas de porcelana
1 desecador
1 pinzas para crisol
1 espátula
1 vidrio de reloj
Anaranjado de metilo al 0.10 % p/v
Fenoltaleína al 0.10 % p/v
HCl 0.1M
NaOH 0.1 M
2.5 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3)
5 g de ftalato ácido de potasio (FAP, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$).

Procedimiento

Preparación de Patrones Primarios

Patrón primario de carbonato de sodio (Na_2CO_3)

El carbonato de sodio (Na_2CO_3) grado analítico se seca previamente durante media hora dentro de una estufa a una temperatura entre 240 – 250 °C y posteriormente se transfiere al desecador. Pese con precisión 0.5300 g de Na_2CO_3 y anote en su bitácora la masa, use 4 cifras significativas. Coloque en un vaso de precipitado 50 mL de agua hervida y disuelva el Na_2CO_3 , una vez disuelto trasvasar a un matraz volumétrico de 100 mL, y afore con agua destilada previamente hervida.

Patrón primario de ftalato ácido de potasio

El ftalato ácido de potasio (FAP, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) grado analítico se seca previamente en la estufa a 125 °C durante media hora y posteriormente se introduce al desecador. Pese con precisión 2.0420 g de este reactivo y anote en la bitácora la masa, use 4 cifras significativas. Coloque en un vaso de precipitado 50 mL de agua hervida y disuelva el FAP, una vez disuelto trasvasar a un matraz volumétrico de 100 mL, y afore con agua destilada previamente hervida.

Valoración de Disoluciones

Valoración de la disolución de ácido clorhídrico

Utilizando anaranjado de metilo como indicador

Coloque en un vaso de precipitado 50 mL de agua hervida y disuelva el Na_2CO_3 , una vez disuelto trasvasar a un matraz volumétrico de 100 mL, y afore con agua destilada previamente hervida.

Anaranjado de metilo

*Utilizando fenolftaleína como indicador*

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 250 mL una alícuota de 10.0 mL de la disolución de patrón primario de Na_2CO_3 , 20 mL de agua destilada y 2 gotas de disolución de **fenolftaleína** ($\text{pK}_{\text{ind}} = 9.3$). Titule con la disolución de HCl, agregue ésta lentamente sobre la disolución de carbonato y agítela vigorosamente después de cada adición. La disolución carbonato – fenolftaleína es de color rosa y cuando llega al punto final de la titulación vira a incolora. Cuando la disolución permanece incolora al menos un minuto, se toma la lectura del consumo de HCl. Repita por triplicado esta titulación. Para el cálculo de la molaridad del HCl, considere la estequiometría de la reacción.

Fenolftaleína

**Valoración de la disolución de hidróxido de sodio**

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 250 mL una alícuota de 10.0 mL de la disolución de patrón primario de FAP, 20 mL de agua destilada y 2 gotas de disolución de fenolftaleína ($\text{pK}_{\text{ind}} = 9.3$). Titule con la disolución de NaOH que se desea valorar, siga el procedimiento de la valoración anterior, hasta que aparezca en la disolución un color rosa persistente con duración de 1 minuto. La titulación se hace por triplicado. Considere la reacción:

Fenolftaleína

**Reporte de la práctica****Valoración de la disolución de ácido clorhídrico**

Anote los siguientes datos obtenidos durante la práctica:

Cantidad pesada de Na_2CO_3

Por ciento de pureza del Na_2CO_3

Volumen en el que se disolvió el $\text{Na}_2\text{CO}_{3(\text{s})}$

Volumen de la alícuota de Na_2CO_3 que se usó para titular el HCl

En el apartado, Reporte de la práctica:

Consumo de HCl en mL cuando se utilizó anaranjado de metilo como indicador.

Cosumo de HCl en mL cuando se utilizó fenolftaleína como indicador.

Con base en esta información calcule:

1. La masa del Na_2CO_3 en la alícuota
2. La molaridad del HCl cuando emplea como indicador anaranjado de metilo
3. La molaridad del HCl cuando emplea como indicador fenolftaleína

Valoración de la disolución de hidróxido de sodio

Anote los siguientes datos obtenidos durante la práctica:

Cantidad pesada de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (FAP)

Por ciento de pureza del $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4(s)$

Volumen en el que se disolvió el $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4(s)$

Volumen de la alícuota de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ que usó para valorar la disolución de $\text{NaOH}_{(ac)}$

Consumo de NaOH en mL




Con base en esta información calcule:

1. La masa del $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ en la alícuota
2. La molaridad del NaOH

Cuestionario

1. ¿Qué significa el término error de valoración?
2. ¿Cuál es la diferencia entre el punto de equivalencia y el punto final de una valoración?
3. Una muestra de 0.4512 g de patrón primario Na_2CO_3 requirió 36.44 mL de una disolución de H_2SO_4 para alcanzar el punto final de la reacción, el indicador empleado fue fenolftaleína. Escriba la reacción que se lleva a cabo y calcule la molaridad del H_2SO_4 .
4. En la titulación de carbonato de sodio con ácido clorhídrico que diferencia tiene utilizar como indicadores anaranjado de metilo y fenolftaleína.
5. Diga por qué se debe emplear fenolftaleína y no anaranjado de metilo, en la titulación del ftalato ácido de potasio con hidróxido de sodio.

Bibliografía

-  Harris D. C., 2001 *Análisis Químico Cuantitativo*. 2ª edición. Editorial Reverté, S.A. México.
-  Skoog Douglas A., West Donald M., Holler F. James, Crouch Stanley R. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.
-  Vega Ávila Elisa, Verde Calvo José Ramón, Pérez César Ma. del Carmen. 2003. *La teoría y la práctica en el laboratorio de Química Analítica I*. 1ª edición. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México.

Práctica 4

Disoluciones amortiguadoras

Introducción

Las disoluciones amortiguadoras son frecuentes en la naturaleza, como es el caso del sistema $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ que predomina en el plasma y fluido intersticial (Vega & Konigsberg, 2001). Asimismo, los amortiguadores tienen diversas aplicaciones, como en los medios empleados en los cultivos bacterianos que requieren de cierto valor de pH para que las bacterias crezcan (Umland & Bellama, 1999).

Una disolución amortiguadora, llamada también disolución reguladora, buffer o tampón (Harris, 2001), es aquella que tiene la capacidad de regular los cambios bruscos de pH debidos a la adición de ácidos o bases fuertes y de resistir los cambios de pH por efecto de diluciones (Skoog et al, 2001). Una disolución amortiguadora está formada por un ácido débil y su base conjugada o bien por un base débil y su ácido conjugado; de manera tal que en la misma disolución coexisten un componente que reacciona con los ácidos (la base) y otro que reacciona con las bases (el ácido) (Cuadro 1).

Cuadro 1. Algunos ejemplos de disoluciones amortiguadoras.

Amortiguador	Ácido	Base	pKa	[Ácido] M	[Base] M	pH	[Amorti] M
Acetatos	CH_3COOH	CH_3COONa	4.74	1.0	1.0	4.74	2.0
Fosfatos	NaH_2PO_4	Na_2HPO_4	7.2	0.5	1.0	7.50	1.5
Amoniacal	NH_4Cl	NH_4OH	9.24	0.15	0.45	9.71	0.60
Carbonatos	NaHCO_3	Na_2CO_3	10.33	.07	0.08	10.38	0.15

Amorti= amortiguador; M= molar

Como podemos observar en el cuadro anterior, la concentración molar del amortiguador se obtiene al sumar las concentraciones que tienen en la disolución el ácido y la base. Para obtener el valor de pH de una disolución amortiguadora se emplea la ecuación de Henderson-Hasselbach (Rubinson & Rubinson, 2000):

$$\text{pH} = \text{pKa} + \log \left(\frac{[\text{base}]}{[\text{ácido}]} \right)$$

En donde:

$$\text{pKa} = -\log K_a$$

El valor de pKa es constante y como se observa en esta ecuación, se requiere un cambio en la proporción base/ácido de 10 ($\log 10 = 1$) para cambiar el pH en una unidad. Mientras más grandes sean las concentraciones del par ácido-base mayor será la capacidad amortiguadora (Harris, 2001). Se define como capacidad amortiguadora el número de moles de H_3O^+ (o de OH^-) que se requieren para cambiar en una unidad el pH de un litro de disolución reguladora (Vega et al, 2003).

Objetivos

Que el alumno conozca los valores de pH que se obtienen al variar la relación del ácido y su base conjugada, así como al diluir o adicionar una base fuerte a un amortiguador en comparación con una disolución de una sal.

Materiales y reactivos

- 1 potenciómetro
- 4 matraces Erlenmeyer de 125 mL
- 2 matraces volumétricos de 100 mL

2 pipetas volumétricas de 10 mL
1 bureta
1 soporte universal
1 pinzas para bureta
1 propipeta
1 piseta con agua destilada
5 vasos de precipitados de 100 mL
1 parrilla de agitación
1 barra magnética
Disoluciones amortiguadoras de pH 7 y 10
100 mL de Na_2CO_3 1.0 M
100 mL de NaHCO_3 1.0 M
100 mL NaOH 0.10 M

Procedimiento

Efecto de la relación ácido/base conjugada sobre el pH

1. Siguiendo las instrucciones del profesor, calibre el potenciómetro con los amortiguadores de pH 7 y/o 10, según el pH a trabajar.
2. Marque los matraces Erlenmeyer de 125 mL con números progresivos del 1 al 4.
3. Adicione 20 mL de la disolución de NaHCO_3 1.0 M más 30 mL de Na_2CO_3 1.0 M en el matraz No.1.
4. Adicione 30 mL de la disolución de NaHCO_3 1.0 M más 20 mL de Na_2CO_3 1.0 M en el matraz No.2.
5. Coloque en un vaso de precipitados 25.0 mL de la disolución contenida en el matraz No.1 y mida el pH.
6. Coloque en un vaso de precipitados 25.0 mL de la disolución contenida en el matraz No.2 y mida el pH.

Efecto de la dilución sobre el pH

Nota: Emplear agua con un pH=7

1. Con Na_2CO_3

En un vaso de precipitados de 100 mL, coloque 25.0 mL de Na_2CO_3 1.0 M y mida el pH, transfiera al matraz No.3 y afore usando agua destilada. Nuevamente mida el pH de esta disolución.

2. Con amortiguador

En el matraz No. 4, coloque 25.0 mL del amortiguador contenido en el matraz 1 y agregue 25.0 mL de agua destilada. Mezcle y tome una alícuota de 25.0 mL y mida el pH de este amortiguador.

Determinación de la capacidad amortiguadora

1. En un vaso de precipitados de 100 mL, coloque una alícuota de la disolución amortiguadora del matraz 2, coloque la barra magnética y ponga sobre la parrilla de agitación el vaso conteniendo el amortiguador con la barra magnética y el electrodo del potenciómetro (Fig. 1). En la bureta, coloque el NaOH 0.1 M y adiciónelo gradualmente y con agitación continua al vaso hasta que el pH de la disolución amortiguadora cambie en una unidad.
2. Coloque en un vaso de precipitados de 100 mL una alícuota de 20 mL de Na_2CO_3 1.0 M. Mida el valor de pH y adicione NaOH 0.10 M hasta que el pH de la sal cambie en una unidad.

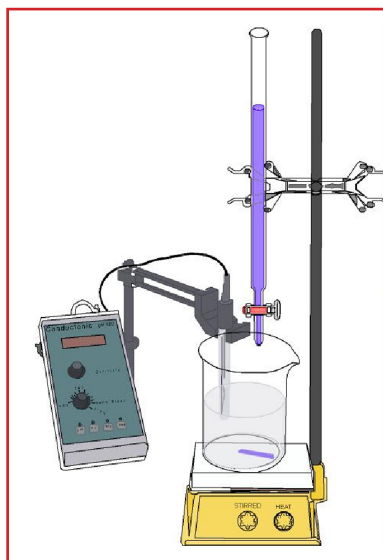


Figura 1. Acomodo de la bureta y del electrodo del potenciómetro en el vaso de precipitados conteniendo la disolución amortiguadora y la barra magnética.

Reporte de la práctica

Anote los datos que se indican.

Efecto de la relación ácido/base conjugada sobre el pH

1. pH del amortiguador contenido en el matraz No.1.
2. pH del amortiguador contenido en el matraz No.2.

Efecto de la dilución sobre el pH

1. pH de la disolución de Na_2CO_3 1.0 M
2. pH de la disolución diluida de Na_2CO_3 (matraz No.3)
3. pH de la disolución diluida del amortiguador (matraz No.4)

Determinación de la capacidad amortiguadora

1. El volumen de NaOH para cambiar en una unidad el pH de:

La disolución amortiguadora

La disolución de Na_2CO_3







Con base en los datos experimentales, calcule:

1. ¿Cuál de las disoluciones amortiguadoras tiene un pH menor que el pKa?
2. ¿En cuál de las dos disoluciones cambió el valor de pH por efecto de la dilución?
3. ¿Cuántos moles de NaOH se requieren para cambiar en una unidad el pH de un litro de la disolución amortiguadora?
4. ¿Cuántos moles de NaOH se requieren para cambiar en una unidad el pH de un litro de la disolución de Na_2CO_3 ?
5. Determine la capacidad amortiguadora para ambas disoluciones con la siguiente fórmula: $B=dB/dpH$, donde dB=moles de base agregada; dpH=cambio de valores de pH

Cuestionario

1. ¿Cuál es la concentración, en términos de molaridad, del amortiguador formado con 20.0 mL de la disolución de NaHCO_3 1.0 M y 30.0 mL de Na_2CO_3 1.0 M? ¿Cuál es la concentración de este amortiguador, cuando se le adicionan 50.0 mL de agua destilada?
2. ¿Cuál es el pH teórico que obtendría al mezclar 15.0 mL de Na_2CO_3 0.15 M con 75.0 mL de NaHCO_3 0.30 M?
3. ¿Qué efecto observaría en el pH si la disolución amortiguadora de NaHCO_3 - Na_2CO_3 0.1 M se hubiera diluido?
4. ¿Calcule el pH que se obtiene al mezclar 50.0 mL de NaHCO_3 0.10 M con 25.0 mL de NaOH 0.10 M?
5. ¿Calcule el pH que obtiene al mezclar 50.0 mL de NaHCO_3 0.10 M con 25.0 mL de HCl 0.10 M?

Bibliografía

-  Harris Daniel C. 2001. *Análisis químico cuantitativo*. 2ª edición. Editorial Reverté, S.A. México.
-  Rubinson J.F., Rubinson K.A. 2000. *Química Analítica Contemporánea*. 1ª ed. Prentice Hall, México.
-  Skoog Douglas A., West Donald M., Holler F. James, Crouch Stanley R. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.
-  Umland J.B., Bellama J.M. *Química General*. 2000. 3a edición. International Thomson Editores, S.A. de C.V.
-  Vega Avila Elisa, Konigsberg Fainstein Mina. 2001. *La importancia biológica de los sistemas amortiguadores*. Contactos 42: 23-27.
-  Vega Avila Elisa, Verde Calvo Ramón y Pérez César María del Carmen. 2003. *La teoría y la práctica en el laboratorio de química analítica I*, 1ª ed. Universidad Autónoma Metropolitana. México.

Práctica 5

Aplicaciones de las titulaciones de neutralización ácido - base

Introducción

La valoración o titulación es un método común de análisis químico cuantitativo en el laboratorio, que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un analito en una disolución. Se requiere de un reactivo llamado valorante, disolución estándar o patrón de concentración conocida, la cual se hace reaccionar con el analito de la disolución cuya concentración se desconoce (Harris, 2001). La reacción que ocurre entre el valorante y el analito es una reacción de neutralización cuando los compuestos químicos involucrados son un ácido y una base.

Las titulaciones de neutralización se utilizan para determinar gran variedad de especies inorgánicas, orgánicas y biológicas que posean propiedades ácidas o básicas. Igualmente importantes son las numerosas aplicaciones en las que un analito se transforma, con un tratamiento adecuado, en un ácido o base, y posteriormente se titula con un patrón ácido o base fuerte (Skoog y col. 2008). El objetivo de toda valoración es el adicionar la sustancia patrón en una cantidad tal que sea químicamente equivalente con la sustancia que reacciona, condición que se consigue en el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es un concepto teórico, lo que en realidad se observa es el punto final de la titulación el cual corresponde al volumen necesario de valorante para completar la neutralización. El punto final frecuentemente es detectado mediante el uso de un indicador de pH. En una titulación o valoración ácido-base simple, puede usarse un indicador como la fenolftaleína, que es incolora en medio ácido y de color rosa cuando el pH es igual o mayor a 8.2. Otro ejemplo es el anaranjado de metilo, de color rojo en medio ácido y amarillo en soluciones básicas.

Existen dos tipos principales de titulación, la titulación directa y la titulación por retroceso. En la titulación directa el valorante ácido o básico reacciona directamente con el analito (básico o ácido) mientras que en la titulación por retroceso en vez de valorar el analito original se añade un exceso conocido de reactivo estándar a la disolución, y luego se valora el exceso. Este método es útil si el punto final de la valoración por retroceso es más fácil de identificar que el punto final de la valoración normal (Harris, 2001). Se usa también si la reacción entre el analito y la sustancia titulante es muy lenta.

Objetivo

El alumno aplicará los conocimientos teóricos adquiridos acerca de la teoría de neutralización ácido-base a la determinación de acidez en productos comerciales como vinagre y ácido acetilsalicílico en tabletas de aspirina.

Materiales y reactivos

- Balanza analítica
- 6 matraces Erlenmeyer de 250 mL
- 1 matraz volumétrico de 500 mL
- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 espátula
- 1 bureta de 50 mL
- 1 pinza para bureta
- 1 pipeta volumétrica de 25 mL
- 1 pipeta Pasteur
- 1 embudo de vidrio
- 1 probeta de 100 mL
- 1 propipeta
- 1 varilla de agitación
- 1 soporte universal
- 1 piseta con agua destilada
- 1 parrilla con agitación magnética

1 barra magnética
 1 pinzas de disección
 1 mortero con pistilo
 1 picnómetro de 20 mL
 Gasa
 Disolución valorada de NaOH 0.1 M
 Disolución valorada de HCl 0.1M
 Disolución de fenolftaleína al 0.1% p/v
 Vinagre comercial (5% ácido acético)
 Tabletas de aspirina®

Procedimiento

Determinación de acidez de vinagre comercial

1. Mida 50 mL de vinagre comercial, péselos, colóquelos en un matraz volumétrico de 500 mL y dilúyalos con agua destilada hasta la marca del aforo. Tape el matraz y agite cuidadosamente para homogeneizar la disolución.
2. Mida una alícuota de 25 mL de la disolución anterior con una pipeta volumétrica y deposítela en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, adicione 3 ó 4 gotas de indicador de fenolftaleína.
3. Llene la bureta con la disolución valorada de NaOH 0.1 M, cuidando que no se formen burbujas de aire.
4. Titule la disolución problema de vinagre, adicionando lentamente el hidróxido de sodio hasta que la disolución vire de incoloro a rosa. Anote el volumen de NaOH gastado para alcanzar la neutralización. Repetir la titulación por triplicado.
5. A partir del volumen anterior y del valor de la densidad del vinagre y el factor de dilución, calcule mediante la Ecuación 1 el porcentaje de ácido acético en el vinagre comercial, teniendo en cuenta que la reacción que tiene lugar es la siguiente:



$$\%AA = \frac{(V)(N)(\text{meq})100}{\text{alícuota}} \quad (\text{Ec.1})$$

Donde :

v= volumen gastado del NaOH

N= Normalidad del NaOH

meq= miliequivalentes del ác. Acético

alícuota= volumen de la muestra en ml

Determinación de la densidad del vinagre comercial

Proceda a determinar la densidad aparente de la disolución de vinagre comercial como se indica en los siguientes pasos:

1. Pese el picnómetro vacío y seco (P₁).
2. Llene el picnómetro con la disolución de vinagre comercial (5%) hasta el aforo (20mL).
3. Pese nuevamente el picnómetro lleno con la disolución de vinagre comercial. Anote el peso (P₂).
4. Pese el picnómetro lleno con agua. Anote el peso (P_a)
5. Determine la densidad de la disolución de vinagre empleando la siguiente Ecuación 2.

$$\rho = \frac{(\rho_2 - \rho_1)}{(\rho_a - \rho_1)} = \frac{\text{g vinagre}}{\text{mL vinagre}} \quad (\text{Ec.2})$$

Donde:

ρ_1 = densidad del picnómetro vacío

ρ_2 = densidad del vinagre

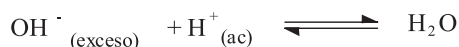
ρ_a = densidad del agua

Cuantificación de ácido acetilsalicílico en tabletas de aspirina

El ácido acetilsalicílico (AAS) es un compuesto poco soluble en agua, razón por la cual se disuelve en una disolución de NaOH de concentración y volumen conocido. El exceso de NaOH que no reacciona con el ácido acetilsalicílico se retrotitula con la disolución de HCl 0.1 M.

1. Pese en una balanza analítica, de manera individual 4 tabletas de aspirina® y anote la masa de cada pastilla. Determine el peso promedio de las tabletas $\overline{P}_{tableta}$
2. Pulverice las pastillas en el mortero. Pese 0.3000g del polvo obtenido y colóquelo en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
3. Adicione 75.0 mL de disolución valorada de NaOH 0.1 M (necesaria+exceso).
4. Caliente la disolución en la parrilla y manténgala en ebullición durante 10 minutos (tome las precauciones necesarias para evitar proyecciones de la disolución en ebullición).
5. Transcurrido el tiempo, enfríe la disolución (es posible que la solución contenga sólidos insolubles).
6. Agregue 50.0 mL de agua destilada y 3 gotas de fenolftaleína.
7. Retrotitule la muestra con disolución valorada de HCl 0.1 M hasta el vire de color rosa a incoloro. Repetir por triplicado.
8. A partir del volumen anterior, utilice la Ecuación 3 para calcular la concentración de AAS expresada en mg AAS/tableta, teniendo en cuenta las siguientes reacciones:

$$\frac{\text{mg AAS}}{\text{tableta}} = V_{\text{NaOH}}^{\text{necesario}} [\text{NaOH}] \left(\frac{1 \text{ mmol AAS}}{2 \text{ mmol NaOH}} \right) \left(\frac{528 \text{ mg AAS}}{1 \text{ mmol AAS}} \right) \left(\frac{1}{0.3 \text{ g tableta}} \right) \left(\frac{\overline{P}_{tableta}}{1 \text{ tableta}} \right) \quad (\text{Ec.3})$$



Reporte de la práctica

Acidez del vinagre comercial

1. Calcule la densidad aparente del vinagre comercial.
2. Calcule la concentración en porcentaje peso/peso del ácido acético en la muestra de vinagre.
3. Compare sus resultados con los reportados en la literatura.



Contenido de ácido acetilsalicílico en las tabletas de aspirina®

1. Calcule la concentración de ácido acetilsalicílico en mg AAS/tableta.
2. Compare sus resultados con la información declarada en la etiqueta del frasco del medicamento.

Cuestionario

1. Defina los siguientes términos: neutralización, punto final, punto de equivalencia, titulación directa y retrotitulación.
2. 1.00 g de una disolución que contiene HNO_3 (PF = 63.0) y H_2SO_4 (PF = 98.0) se neutraliza con una disolución de NaOH 0.10 M utilizando fenolftaleína como indicador, gastándose 40.0 mL del valorante. Otra porción de disolución de igual peso se trata adecuadamente para reducir el HNO_3 a NH_3 , se destila este último y se recoge en 50 mL de HCl 0.10 M, cuyo exceso consume 45.0 mL de NaOH 0.1 M. ¿Cuál es el porcentaje de cada ácido en la muestra?
3. El contenido de formaldehído de un preparado de plaguicida se determina pesando 0.3124 g de la muestra líquida en un matraz que contiene 50 mL de NaOH 0.0996 M y peróxido de hidrógeno al 3 % v/v. Al calentar, todo el formaldehído se transforma en formiato sódico. Después de enfriar, el exceso de NaOH se valora con 23.3 mL de HCl 0.0525 M. Calcule el porcentaje en peso de formaldehído (HCHO PF = 30.0) en la muestra.

Bibliografía

-  Harris Daniel C. 2001. *Análisis Químico Cuantitativo*. 2ª edición. Editorial Reverté, S.A. México.
-  Skoog Douglas A., West Donald M., Holler James F., Crouch S.R. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.

Práctica 6

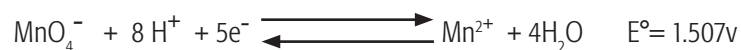
Determinación de hierro (II) en vitaminas comerciales por óxido-reducción

Introducción

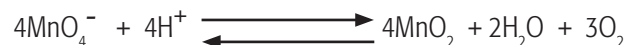
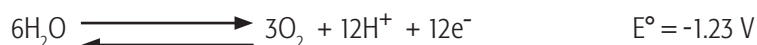
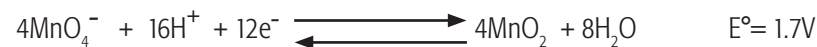
Dentro del grupo de los minerales, el hierro es un elemento imprescindible para el organismo humano. Sin el hierro necesario, nuestro cuerpo se vuelve lento debido a que una de sus funciones más importantes es oxidar la glucosa para convertirla en energía; el hierro interviene, por lo tanto, en el buen funcionamiento de la respiración. Además se combina con proteínas para formar la hemoglobina y así poder transportar el oxígeno a los tejidos; también sirve para activar el grupo de vitaminas B, y para estimular la inmunidad y la resistencia física. El hígado, el bazo y los huesos acumulan la mayor parte de este mineral.

La deficiencia del hierro está muy difundida tanto en países pobres como ricos debido a que sólo una pequeña parte del hierro ingerido pasa a la corriente sanguínea. La carencia se manifiesta en la anemia cuyas características son la fatiga, palidez de la piel y mucosas, palpitaciones con taquicardia, piel seca y cabellos quebradizos, disminución de las defensas y trastornos gastrointestinales. También los estados de desánimo crónico están relacionados muy a menudo con niveles bajos de hierro.

Una de las formas de cuantificar el hierro, es por medios volumétricos, haciendo uso de agentes oxidantes fuertes como lo son el dicromato de potasio y el permanganato de potasio. En soluciones de ácido sulfúrico el producto de reducción del permanganato es el ión manganeso (II).



Las disoluciones acuosas de permanganato no son totalmente estables debido a que el ión permanganato tiene tendencia a reaccionar con el agua:



Con base en los potenciales estándar de reducción (E°) de esta reacción se puede ver que el equilibrio debe estar desplazado a la derecha, incluso en soluciones neutras; sin embargo, la pequeña velocidad de reacción de este sistema es la responsable de que las soluciones de permanganato tengan estabilidad suficiente para ser usadas con fines analíticos (Skoog et al. 2008).

Las disoluciones de hierro (II) pueden ser fácilmente cuantificadas por métodos de óxido reducción, por ejemplo, es factible su titulación con una disolución estandarizada de permanganato de potasio en medio ácido.

Volumetría

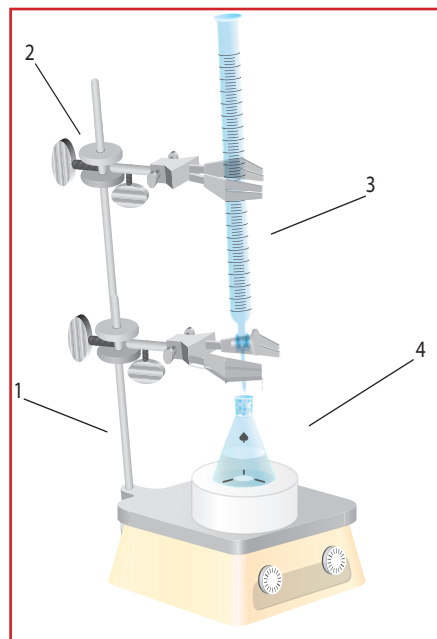


Figura 1. Materiales y reactivos básicos utilizados en las titulaciones volumétricas. 1. Soporte universal; 2. Pinzas para bureta; 3. Bureta con el reactivo titulante o valorante; 4. Matraz Erlenmeyer conteniendo al analito cuya concentración se desea conocer.

La volumetría se utiliza para análisis cuantitativos. La base del método es determinar el volumen del reactivo titulante (3) que reacciona estequiométricamente con una sustancia dada que contiene al analito (4). El tipo de reacción entre el titulante y el analito determina el nombre de la valoración, bien sea ácido-base, de complejos, de precipitación, o en este caso de óxido reducción.

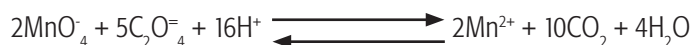
Un volumen conocido de uno de los reactivos (analito, 4) se deposita en un matraz Erlenmeyer y el otro en una bureta (valorante, 3) y se va adicionando el valorante al analito en el Erlenmeyer. Cuando se llega al punto en que se termina la reacción, el valorante y el valorado (analito) han reaccionado estequiométricamente, momento en que se alcanza el punto de equivalencia. Conociendo el volumen del valorante (3) y la estequiometría de la reacción, se calcula la cantidad de sustancia que se ha valorado (analito, 4). Para poder determinar el punto de equivalencia se utiliza alguna propiedad del sistema que cambie drásticamente en las proximidades del punto de equivalencia (Harris, 2001) y como normalmente no suceden cambios visuales en la reacción, se utiliza un indicador, sustancia que se añade en una concentración muy pequeña y experimenta cambios de color alrededor del punto de equivalencia. El punto de la valoración en que se produce el cambio de color se llama punto final. Normalmente el punto de equivalencia y el final no son iguales y esta diferencia es precisamente el llamado error sistemático de la valoración. También se puede utilizar un método instrumental para determinar el punto de equivalencia.

Las volumetrías deben cumplir los siguientes requisitos:

1. La estequiometría de la reacción entre el analito y el valorante debe ser fija y perfectamente conocida para, de esta manera realizar correctamente los cálculos.
2. La reacción debe ser rápida.
3. La reacción debe ser cuantitativa y comprobarse que se completa en un 99.9 %.
4. Para determinar el punto de equivalencia se debe disponer de un método adecuado pues el error sistemático de la valoración debe ser pequeño.

Valoración del Permanganato de Potasio (KMnO_4) con una Disolución Estándar de Oxalato de Sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

El KMnO_4 no es patrón primario (las características de los patrones primarios ya fueron mencionadas en la práctica No. 3) pues aunque puede obtenerse puro, sus disoluciones se descomponen parcialmente dando MnO_2 y debe ser valorado utilizando un patrón primario como el $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. La reacción que tiene lugar es (Vega *et al*, 2003):



Como se mencionó, el H_2SO_4 proporciona el medio ácido necesario para la reacción. En esta valoración no es necesario utilizar un indicador para detectar el punto final ya que el mismo KMnO_4 actúa como tal pues en la forma oxidada es de color violeta e incoloro en la reducida. Las disoluciones de KMnO_4 se deben guardar en frascos de color ámbar o topacio para evitar su descomposición por la luz.

Objetivo

El alumno aplicará sus conocimientos de óxido reducción en la determinación de hierro (II) en una vitamina, complemento vitamínico comercial o en una muestra problema.

Materiales y reactivos

1 vidrio de reloj
 1 espátula
 1 piseta con agua destilada
 1 vaso de precipitados de 100 mL
 1 vaso de precipitados de 250 mL
 2 matraces volumétricos de 100 mL
 1 agitador de vidrio
 3 matraces Erlenmeyer de 250 mL
 1 bureta de 25 ó 50 mL
 1 soporte universal
 1 pinzas para bureta
 1 probeta de 50 mL
 1 pipeta volumétrica de 10 mL
 1 pipeta graduada de 10 mL
 KMnO_4
 H_2SO_4
 FeSO_4
 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Procedimiento

1. Realice los cálculos y prepare 100 mL de disolución 0.1 N de KMnO_4 en ácido sulfúrico al 5% (p/v).
2. Realice los cálculos y prepare 100 mL de disolución 0.1 N de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ y utilícelo como estándar primario para conocer la concentración de la disolución de permanganato.
3. Investigue cuales son las condiciones adecuadas de pH y temperatura, para que la reacción se lleve a cabo.
4. Efectúe la titulación de estandarización del permanganato de potasio.
5. Solicite al profesor una muestra problema de hierro (II) y titúlela para conocer su concentración.

Preparación de la Muestra Problema

Se puede utilizar una solución de sulfato ferroso o un complemento vitamínico comercial.

Sulfato ferroso

Utilice una solución de sulfato ferroso 0.1 N. Para prepararla pese en balanza analítica 1.5184 g de FeSO_4 , disuélvalos en 50 mL de ácido sulfúrico al 5% (p/v) y afórelos a 100 mL.

Producto comercial

Adquiera cualquier jarabe o pastilla que contenga el hierro en su estado de oxidación (II), tome en cuenta que puede contener otros compuestos que reaccionen con la solución de permanganato de potasio. Como ejemplo, se puede trabajar con el complemento vitamínico Vitaverán fólico, que contiene 497 mg de sulfato ferroso heptahidratado por cada 100 mL del jarabe (véase la formulación más adelante). Titule alícuotas de 10 mL de este jarabe con solución 0.01 N de permanganato de potasio.

Reporte de la práctica




1. Con el volumen de KMnO_4 gastado en la titulación con el estándar de oxalato de sodio, calcule la verdadera concentración de la disolución de permanganato de potasio.
2. Con el volumen de KMnO_4 gastado en la titulación de la muestra problema de Fe (II), calcule la concentración de la disolución de permanganato en N, M y los % p/p (si la muestra fue una pastilla), el % p/v (si la muestra fue un jarabe o disolución problema).

Cuestionario

1. ¿Qué es un patrón primario? ¿Cuáles son sus características?
2. ¿Por qué no se puede utilizar KMnO_4 como patrón primario?
3. ¿Por qué se adiciona ácido sulfúrico al valorar con KMnO_4 ? ¿Se debe utilizar preferentemente, por qué?
4. Escriba las semirreacciones y balancee por el método del ión electrón la reacción de la valoración en medio ácido del Fe^{2+} con MnO_4^- .
- 5.- Calcule el % p/v de hierro (II) en una muestra problema de 50 mL, la cual fue aforada a 100 mL en un matraz volumétrico, de esta disolución se tomaron 25 mL y se titularon con una disolución de permanganato de potasio 0.098 N, gastándose 34.5 mL.

R: 1.51 g Fe^{2+} /100 mL.

Bibliografía

-  Harris Daniel, 2001 *Análisis Químico Cuantitativo*. 2ª edición. Reverté. México.
-  Skoog Douglas A., West Donald M., Holler F. James, Crouch Stanley R. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.
-  Vega Ávila Elisa, Verde Calvo José Ramón, Pérez César María del Carmen. 2003. *La teoría y la práctica en el laboratorio de Química Analítica I*. 1ª edición. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México.

VITAVERÁN FÓLICO

Jarabe

Polvo

CALCIO

COBRE

FÓLICO, ÁCIDO

HIERRO

VITAMINA B, COMPLEJO DE

VITAMINA B3

VITAMINA C

FORMA FARMACÉUTICA Y FORMULACIÓN

Cada 100 mL de JARABE contienen:

Sulfato ferroso heptahidratado 497.82 mg

equivalente a 99.99 mg

de hierro elemental

Sulfato de cobre 52.37 mg

equivalente a 3.33 mg

de cobre elemental

Excipiente, c.b.p. 100 mL.

Cada sobre con 2 g de POLVO (para disolver en el frasco contiene):

Ácido fólico 2.933 mg

Niacinamida 300 mg

Pantotenato de calcio 50 mg

equivalente a 4.205 mg

de calcio

Clorhidrato de tiamina

(vitamina B1) 50 mg

equivalente a 39.480 mg

de tiamina base

Riboflavina (vitamina B2) 20 mg

Clorhidrato de piridoxina

(vitamina B6) 25 mg

equivalente a 20.560 mg

de piridoxina

Cianocobalamina

(vitamina B12) 0.070 mg

Ácido ascórbico (vitamina C) 660 mg

Excipiente, c.b.p. 2 g.

HORMONA, S.A. DE C.V., LABORATORIOS

Práctica 7

Cromatografía en columna

Introducción

Las técnicas cromatográficas se emplean para separar los componentes individuales de una mezcla, además pueden ser utilizadas para identificar un compuesto comparando su comportamiento cromatográfico con el de sustancias conocidas (empleadas como patrón). Son técnicas analíticas y cuantitativas que han alcanzado un alto grado de desarrollo en los laboratorios de química y bioquímica. En sus diversas aplicaciones, la cromatografía sirve para separar compuestos químicos diferentes a partir de mezclas multicomponentes, las cuales pueden contener varios centenares de sustancias diferentes; por ejemplo, es capaz de identificar y separar los 350 compuestos que dan su sabor y bouquet característicos al café.

La técnica se basa en la interacción de una determinada muestra (solute) con dos fases, una de ellas, habitualmente llamada fase estacionaria, puede ser un líquido o un sólido. La fase estacionaria puede retrasar la salida de las muestras, por las interacciones que pueden presentarse entre ambas. Por otra parte una fuerza contraria (de arrastre) es la determinada por la fase móvil. Cuando la fase móvil y la fase estacionaria son líquidas (cromatografía de reparto), la muestra puede encontrarse en equilibrio entre ambas fases, siendo la relación del soluto en ambas fases constante, y se le denomina coeficiente de reparto. Si en una mezcla, cada componente tiene un coeficiente de reparto diferente, la separación será buena. Naturalmente, dicho coeficiente depende de la naturaleza de las fases, así como de las condiciones de la cromatografía.

Una de las técnicas cromatográficas más sencillas es la de adsorción en columna. Una columna de cromatografía es un tubo de vidrio relleno con un sólido poroso de propiedades adsorbentes constituido por pequeñas partículas, siendo el gel de sílice y la alúmina los sólidos más usados. Este relleno es lo que se conoce en cromatografía como la fase estacionaria. A través de la columna se hará pasar un flujo de un disolvente o mezcla de disolventes en diferentes proporciones denominada eluyente o fase móvil. La fase móvil emigra por la fase estacionaria debido, sobre todo, a la gravedad y en su movimiento, arrastra más o menos a los componentes de una mezcla en función de sus cargas, adsorbiendo o no a las muestras para separarlas. El disolvente también puede pasar a través de la columna por aplicación de presión. La elección del disolvente es crucial para una buena separación.

La mezcla de compuestos a separar se disuelve en una pequeña cantidad de disolvente y se coloca sobre el adsorbente, en la parte superior de la columna, quedando adsorbida por él. A continuación se pasa un flujo de eluyente a través de la columna y así los compuestos constituyentes de la mezcla son arrastrados por el eluyente a su paso, haciéndoles avanzar a lo largo de la columna. Sin embargo, no todos los compuestos avanzan a la misma velocidad, y esta es precisamente la clave de la cromatografía; algunos compuestos se ven más fuertemente retenidos por el adsorbente (fase estacionaria) y por lo tanto avanzarán más despacio, por el contrario, otros apenas son retenidos y avanzarán a mayor velocidad. En general se dice que la separación en la cromatografía se basa en la afinidad diferencial de los distintos compuestos por la fase móvil y la fase estacionaria.

Objetivo

Mediante la aplicación de cromatografía en columna, el alumno conocerá y analizará la separación de colorantes. Asimismo, el alumno podrá saber como se controla y determina el proceso de separación de mezclas de sustancias.

Materiales y reactivos

Espectrofotómetro Genesys o Biomate con dos celdas de medida para la región del visible

1 columna cromatográfica de 15 cm, con tubo de látex y pinza de regulación de goteo (el tubo látex y las pinzas pueden obtenerse de los equipos de venoclisis para sueros).

Tubos de ensayo de de 10x100 mm con tapón de rosca

3 vasos de precipitados de 100 mL

1 gradilla para tubos de ensayo

5 pipetas graduadas de 10 mL

Algodón

Alúmina o sílica para cromatografía en columna (60 - 200 Mallas)

Mezcla de n- butanol, etanol y amoníaco 2N (60: 20: 20 por volumen), (segunda opción)

Mezcla de n- butanol, ácido acético glacial y agua (60: 15: 25 por volumen), (primera opción)

Disolución de una mezcla de tinta negra, azul y marrón en etanol, conteniendo aproximadamente 0.05 g/l de cada tinta. **No deberá usarse la tinta en forma de gel.**

Precauciones. La inhalación de altas concentraciones de polvo de alúmina puede originar irritación de los ojos y tracto respiratorio superior. Las mezclas indicadas de los disolventes irritan los ojos, la piel y el tracto respiratorio por lo que deben manejarse en la campana.

Procedimiento

Preparación de la columna

Coloque en la base de la columna una pequeña cantidad de algodón verificando que haya flujo en la columna.

Adicione alúmina o sílica poco a poco, con ligeros golpes a la columna, no golpear la columna con alúmina porque se sobreempaca y disminuye drásticamente el flujo, éste es un paso importante para una buena separación. Cuando obtenga un depósito homogéneo de fase estacionaria de una altura entre 10 y 12 cm, adicione 15 mL de butanol, manteniendo abierta la columna por su extremo inferior y evitando que el nivel de butanol descienda por debajo del nivel superior de la alúmina o la sílica.

Separación de los componentes de la muestra

Abra la llave hasta que el nivel del butanol esté aproximadamente a un mm de la superficie de la fase estacionaria. Adicione suavemente 0.2 mL de la muestra problema, evitando remover la fase estacionaria, abra la llave y deje gotear hasta que el nivel de la muestra llegue al adsorbente. A continuación proceda a eluir (separar) adicionando la fase móvil a un flujo de 2 mL por minuto. Para ello, se deja que gotee la fase móvil por la parte inferior de la columna y se va recogiendo en tubos de ensayo en fracciones del mismo color, los que previamente se han marcado para saber hasta donde llega un mL (tome un tubo y adicionele 1 mL de agua y con un marcador señale el borde del menisco).

Una vez eluida totalmente la tinta, mida la absorbancia de cada fracción colectada en un intervalo de 450 a 665 nm, empleando la fase móvil como blanco.

Reporte de la práctica

1. Fotografié o dibuje la columna cromatográfica en uno de los momentos de la elución de la tinta (emplear lápices de colores para indicar la posiciones de las dos bandas cromatográficas).
2. Graficar los espectros de absorción para cada color resaltando los máximos de absorción de cada fracción colectada, complete el siguiente cuadro.

Cuadro 1. Absorbancia de las fracciones colectadas durante la separación de una mezcla de tintas por cromatografía en columna.

Absorbancia ($\lambda = 450$ a 665 nm)										
Volumen de los eluatos o fracciones (mL)										

3. Incluya en el reporte sus observaciones.

Cuestionario

1. Si una mezcla de antraceno y naftaleno se separa por cromatografía en columna sobre alúmina, ¿cuál de los dos hidrocarburos eluirá primero y cuál al último? ¿Cuál sería el más polar?
2. Se piensa que un colorante desconocido puede ser azul de metileno, ¿cómo se podría comprobar esta suposición usando un procedimiento basado en una técnica cromatográfica?
3. ¿Qué debe hacerse para encontrar el eluyente adecuado para separar una mezcla por cromatografía en columna?

Bibliografía

-  Abbot David y Andrew Roberts S. 1973. *Introducción a la Cromatografía*. 3a edición. Colección Exedra. Editorial Alhambra, Madrid, España.
-  Browning, D. R. 1971. *Cromatografía-Toray-Masson*. 1a edición, Barcelona, España.
-  Waksmundzka-Hajnos Monika, Joseph Sherma, Teresa Kowalska. 2008. *Thin Layer Chromatography in Phytochemistry*. Chromatographic Sciences Series. Jack Cazes (ed). Vol. 99. CRC Press, Boca Raton, Fla, USA.
-  Jork H, Wimmer H. 1986. *TLC Report. A Collection of Quantitative Papers*. GIT Verlag. Germany.
-  Skoog Douglas, West Donald, Holler James, Crouch Ray. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.
-  Rubinson A. K., Rubinson F. J. 2001. *Análisis Instrumental*. 1ª edición. Prentice- Hall, España.
-  Harris Daniel C. 2003. *Análisis Químico Cuantitativo*. 3a edición. Editorial Reverté. España.

Práctica 8

Cromatografía en capa fina

Introducción

La Cromatografía en Capa Fina (CCF) es uno de los métodos más versátiles de análisis cromatográfico para la separación e identificación de sustancias químicas, la cual se basa en el principio de reparto entre dos fases. En general, una cromatografía se realiza permitiendo que las moléculas de la mezcla que se desea separar (muestra) interaccionen con un medio o matriz de soporte que se denomina fase estacionaria; un segundo medio (fase móvil) que es inmiscible con la fase estacionaria se hace fluir a través de ésta para separar o eluir a las moléculas de la muestra. Debido a que estas moléculas presentan diferente coeficiente de reparto, la fase móvil separará los distintos componentes con diferente eficiencia, de modo que aquellos que sean más afines a la fase móvil serán eluidos más rápido que aquellos que sean preferentemente solubles en la fase estacionaria.

En la cromatografía de capa fina un adsorbente se deposita en forma de una capa delgada sobre una placa de vidrio, aluminio u otros materiales por la que ascienden, arrastradas por un disolvente (eluyente), una o más sustancias que se pretenden separar. El disolvente asciende entonces por capilaridad a lo largo de la placa arrastrando los compuestos a diferentes velocidades, según el grado de adsorción de éstos a la fase estacionaria de la placa y su afinidad por el eluyente, produciéndose así su separación en forma de manchas (Abbot y Andrews, 1970). Generalmente, la fase estacionaria es un componente polar y la fase móvil es menos polar, de manera que los componentes que se desplazan con mayor velocidad son los menos polares (Bauer y col., 1991). Dentro de los adsorbentes o fases estacionarias más comunes para CCF se encuentran: el gel de sílice, el cual se usa en el 80 % de las separaciones; el óxido de aluminio o alúmina, disponible comercialmente en las formas ácida, neutra o básica; la celulosa, la hays nativa y microcristalina; y las poliamidas.

Es importante tomar en cuenta algunas consideraciones para la selección de la fase estacionaria como su polaridad, el tamaño de partícula, la homogeneidad y su pureza. Mientras que los eluyentes más comunes para CCF son el acetato de etilo, cloroformo, hexano, acetona, etanol, metanol e isopropanol, entre otros (Ávila, 2001). La selección adecuada de ambas fases permitirá la separación de aquellos compuestos presentes en la muestra. Los compuestos orgánicos pueden presentar la siguiente polaridad en orden creciente: hidrocarburos < olefinas < fluor < cloro < nitro < aldehído < éster < alcohol < cetonas < aminas < ácidos < amidas.

Cuando los compuestos que se separan en una CCF son manchas coloridas es fácil observar cuánto se desplazaron durante su separación, pero cuando son incoloras se debe hacer uso de reveladores como: luz UV cuando las sustancias a separar o algún compuesto que se ha mezclado con la fase estacionaria absorben luz en el UV, generalmente se usan longitudes de onda entre 254 y 366 nm; vapores de yodo, el cual se combina reversiblemente con los compuestos orgánicos que entonces aparecen de color café; reveladores más específicos como la ninhidrina para los aminoácidos, cuyas manchas pasan de incoloras a púrpura; y como último recurso una disolución de agua-ácido sulfúrico 1:1, la cual se rocía dentro de un compartimiento protegido, bajo la campana de extracción de gases y después se calienta intensamente en mechero o parrilla hasta carbonizar los compuestos que aparecen entonces como manchas de color negro.

La manera como se identifican los componentes separados de la mezcla por cromatografía en capa fina es por su valor de R_f (referencia frontal) que se calcula con la siguiente expresión (Clement, 2002):

$$R_f = \frac{\text{Distancia (cm) que recorre cada compuesto separado desde el punto de aplicación (a)}}{\text{Distancia (cm) que recorre el disolvente hasta el frente del eluyente (b)}}$$

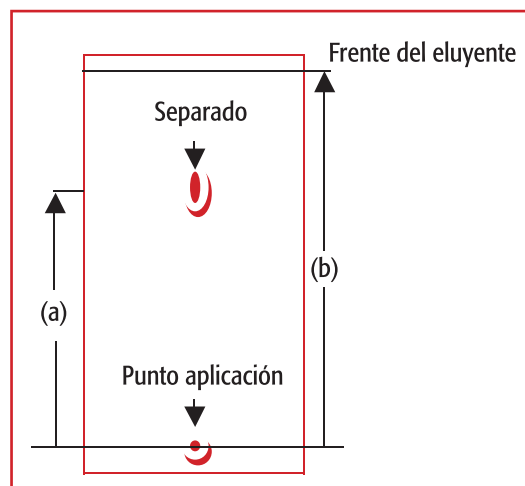


Figura 1. Cromatografía en capa fina. Se muestran el sitio de aplicación de la muestra y las distancias recorridas por un compuesto separado (a) y el eluyente (b).

El R_f es adimensional, siempre inferior a 1 y depende de las condiciones en las cuales se corre la muestra, por ejemplo depende del tipo de adsorbente, del eluyente, de las características de la placa, temperatura, etc. (Abbot y Andrews, 1970; Skoog y col., 2008).

La cromatografía en capa fina es un método de separación sencillo, rápido y efectivo para el análisis tanto cualitativo como cuantitativo, que va de la mano con la cromatografía en columna y con el que se obtienen resultados reproducibles, características que lo convierten en un método excelente para fines analíticos.

Objetivo

El alumno será capaz de separar e identificar los compuestos presentes en una mezcla de analgésicos comerciales por cromatografía en capa fina.

Materiales y reactivos

- Cámara de luz UV
- Cromatofolios
- 6 portaobjetos
- 3 capilares
- 1 varilla de vidrio
- 4 vasos de precipitado de 100 mL
- 1 caja Koplín
- 1 pinza de disección
- 1 piseta con agua destilada
- 1 piseta con acetona
- 1 piseta con etanol
- 1 gradilla
- 1 propipeta
- 1 espátula
- 1 frasco de boca ancha ámbar
- 2 pipetas graduadas de 10 mL
- 2 pipetas graduadas de 5 mL
- 4 tubos de rosca pequeños
- Papel aluminio

1 mortero con pistilo
 Gel de sílice 60 HF₂₅₄ para CCF
 Cafiaspirina
 Aspirina
 Sacidol o bioelectro
 Cafeína

Para manejar en campana de extracción:

Acetato de etilo
 Hexano
 Cloroformo
 Yodo
 Metanol

Procedimiento

Preparación de soluciones patrón

Se toma 1 pastilla de cada analgésico y se tritura por separado en mortero (excepto la cafeína que es polvo). Se toma 4 tubos de ensayo con tapón de rosca y se etiquetan de tal manera que cada tubo contendrá 20 mg de un polvo. Posteriormente se les adicionan 3 mL de acetato de etilo a cada tubo y se agita vigorosamente hasta disolución parcial de las muestras.

Preparación de cromatoplasmas o cromatofolios

Preferentemente se trabajará con los cromatofolios o cromatoplasmas que ya vienen preparados, si no se cuenta con ellos será preciso prepararlos. Para esto, en un recipiente ámbar se prepara una suspensión de gel de sílice al 35% en acetato de etilo, esta mezcla se agita vigorosamente; posteriormente, se introducen dos portaobjetos juntos (los cuales deben estar perfectamente limpios y secos), sujetándolos por un extremo, para que la gel de sílice cubra toda la superficie libre, entonces se sacan, se dejan secar al aire, se separan con cuidado y se retira el exceso de gel de sílice de los lados de los portaobjetos. En este momento puede activarse el agente adsorbente calentando las cromatoplasmas o cromatofolios durante 30 min a 110 °C para eliminar así el agua. Es conveniente dejarlos secar inicialmente al aire para evitar los agrietamientos que se producirían por efecto del cambio de temperatura.

Aplicación de la muestra

Una vez activados las cromatoplasmas o cromatofolios se procede a la aplicación de la(s) muestra(s). En este caso se utilizan capilares que previamente fueron estirados en la flama de un mechero con el fin de conseguir diámetros menores que permitan la aplicación de muestras pequeñas, de lo contrario, si se aplican muestras grandes se producirán colas que evitarán una buena separación. Con el capilar se toma un pequeño volumen de la muestra problema (1-5 µL) y se aplica una gota sobre la cromatoplasma (o cromatofolio) a 0.5 cm aproximadamente del borde inferior de la placa. Si trabaja con cromatofolios trace esta marca con un lápiz fino y aplique de la misma manera (evitando llevarse la fase estacionaria). Será necesario tocar suavemente el punto de aplicación (2 ó 3 veces), esperando el tiempo suficiente para que seque después de cada aplicación. Se debe evitar rayar la capa adsorbente con el capilar porque puede haber pérdida de resolución o desplazamiento deficiente del disolvente.

Experimento 1

Se desea conocer el tamaño de las manchas que se separan cuando se aplican en el cromatofolio diferentes cantidades de un patrón de ácido acetilsalicílico o cafeína parcialmente disuelto en acetato de etilo. Para ello se harán tres aplicaciones de la disolución del patrón en un solo cromatofolio, aplicando primero una gota, en la segunda aplicación dos gotas y por último tres gotas.

Introduzca el cromatofolio en una cámara de elución (caja Koplín) a la que previamente se le adicionaron aproximadamente 2 mL de acetato de etilo y tápela (en caso de emplear vaso del precipitado, tápelo con papel aluminio teniendo cuidado de no mover el cromatofolio). Cuando el frente del eluyente esté casi en el borde de la parte superior del cromatofolio destape la cámara, retírelo con cuidado y marque el frente del eluyente con un lápiz de punta fina. Déjelo secar al aire libre. Para visualizar las manchas, primero revele con la lámpara de luz UV de onda corta y larga, marcando el contorno de las manchas con el mismo lápiz y luego introduzca el cromatofolio en una cámara con cristales de yodo (en cámara de koplín adicionar un poco de yodo y tapar) por 5 min aproximadamente en campana de extracción. Cuando se lleve a cabo el revelado con yodo es recomendable trabajar con guantes.

Experimento 2

Se desea comparar el corrimiento de dos compuestos con diferente polaridad en diferentes eluyentes. Para esto se preparan 3 cromatoplasas o cromatofolios y se aplican en cada una de ellas las soluciones patrón de ácido acetilsalicílico y cafeína. Se eluye la primera con hexano, la segunda con acetato de etilo y la tercera con metanol. Para cada caso, se sigue el procedimiento de elución y revelado indicado en el experimento anterior. Anote los resultados obtenidos en cada cromatofolio.

Experimento 3

Se desea identificar el principio activo de analgésicos comerciales como cafiaspirina y sacidol o bioelectro, comparándolos con las muestras patrón de cafeína y ácido acetilsalicílico. Las disoluciones de los analgésicos estarán marcadas como problema 1 y problema 2 (muestras proporcionados por el profesor) sin que usted sepa cuál corresponde a qué analgésico. Prepare 2 cromatoplasas (o cromatofolios) iguales, aplicando las muestras como se indica en la Fig. 2.

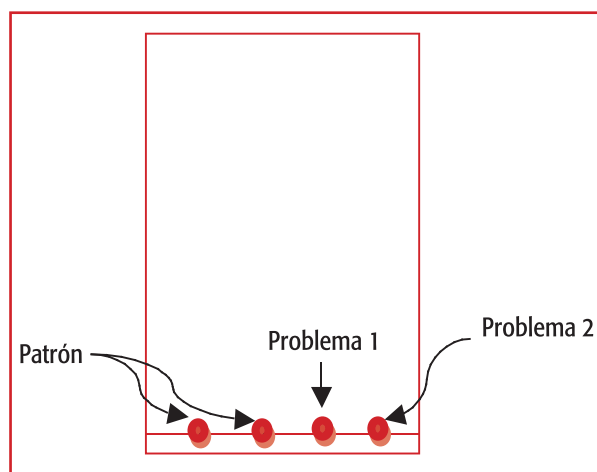


Figura 2. Aplicación de las muestras para identificar los principios activos de dos analgésicos comerciales.

Una vez aplicadas las muestras, eluya un cromatofolio o cromatoplasa en metanol y el otro en acetato de etilo. Para cada caso se sigue el procedimiento de elución y revelado indicado en el experimento 1. Anote los resultados obtenidos en cada uno de ellos.

Reporte de la práctica

Experimento 1

1. ¿Cuál es la relación entre el tamaño de las manchas con la cantidad aplicada del patrón en cada caso?
2. ¿Cuál es el R_f en cada caso?

Experimento 2

1. ¿Cuál es el eluyente adecuado para cada uno de los patrones aplicados y por qué?
2. ¿Cuál de los dos compuestos es el más polar y por qué?
3. ¿Cuál es el R_f en cada caso?






Experimento 3

1. ¿Cuál eluyente permitió una mejor separación? Con base en su respuesta conteste lo siguiente:
2. ¿Cuál es el R_f de la cafeína y cuál el del ácido acetilsalicílico?
3. ¿A qué analgésico corresponde el problema 1 y por qué?
4. ¿A qué analgésico corresponde el problema 2 y por qué?

Cuestionario

1. ¿Qué factores influyen en una separación por cromatografía en capa fina?
2. ¿Cuál es la finalidad de activar los agentes adsorbentes?
3. Menciona las características a tomar en cuenta del adsorbente, soluto y disolvente para una separación por CCF.
4. En el experimento 3, ¿cuál de los dos eluyentes permitió mayor separación de la mezcla?, ¿a qué se debe esto?

Bibliografía

-  Abbott David y Andrews Robert. 1970. *Introducción a la Cromatografía*. 3a edición. Alhambra, Madrid, España.
-  Bauer Karin, Gros Leo y Sauer Werner. 1991. *Thin Layer Chromatography: An Introduction*. Hüthig Verlag, Germany.
-  Ávila Zárraga José Gustavo. 2001. *Química Orgánica*. Experimentos con un enfoque ecológico. Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial. UNAM, México.
-  Clement Bernard. 2002. *Organic Chemistry Laboratory Manual*. Texas A&M University. USA. pp 143-146.
-  Skoog Douglas, West Donald, Holler James, y Crouch Ray. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.

Práctica 9

Cromatografía en papel. Separación de mezclas de indicadores de pH

Introducción

La cromatografía agrupa a un conjunto de diversos métodos de separación, que permiten además identificar y cuantificar compuestos afines en mezclas complejas. La característica que comparten estos métodos es que la muestra a separar se disuelve en una fase móvil (que puede ser un gas, un líquido o un fluido supercrítico) que pasa a través de una fase estacionaria inmisible, fija en una columna o una superficie sólida. Ambas fases se eligen de manera tal que los componentes de la muestra se distribuyan de manera diferente entre las dos fases, por lo que los más afines a la fase estacionaria se moverán más lentamente (Skoog et al, 2008).

En la cromatografía en papel, la fase móvil se mueve sobre las tiras de papel filtro. Esta técnica se puede realizar de manera ascendente o descendente, unidimensional o bidimensional. En caso de que los componentes de la mezcla no sean coloridos, se les puede hacer visibles mediante el empleo de luz ultravioleta o mediante el uso de reveladores químicos (Smith y Feinberg, 1979).

El último punto alcanzado por la fase móvil en su avance se denomina frente del disolvente y se puede usar como referencia para expresar la distancia relativa recorrida por cada sustancia en un cromatograma. El símbolo que se emplea para designar dicha distancia relativa es R_f y se obtiene al dividir la distancia recorrida por el compuesto desde el origen entre la distancia que migró el disolvente.

Objetivos

El alumno separará los componentes de una mezcla, observará el corrimiento cromatográfico de un compuesto puro y en mezcla, y reafirmará el concepto de migración relativa de una sustancia.

Materiales y reactivos

Papel para cromatografía Whatman No.1
 1 frasco de boca ancha de 15 cm de alto y 7 cm de diámetro
 1 cutter
 1 regla
 1 lápiz
 1 probeta 10 mL
 1 caja de Koplín
 1 pipeta graduada de 10 mL
 1 pipeta graduada de 2 mL
 1 pipeta graduada de 5 mL
 3 capilares
 1 propipeta
 Rojo congo
 Rojo de fenol
 Azul de bromofenol
 n-butanol
 Ácido acético glacial
 Agua

Procedimiento

1. Prepare las muestras de indicadores en una concentración de 1.0 % p/v (se sugiere preparar 10 ml para todo el grupo). Emplee como disolvente NaOH 0.010 M.
2. Prepare 10.0 mL de la fase móvil (6.0 mL de n-butanol:1.5 mL de ácido acético glacial: 2.5 mL de agua). Coloque en el fondo del frasco 4.0 mL de la fase móvil.
3. Aplique calor en el centro de un capilar hasta que esté al rojo vivo y estírelo. Corte el capilar así como las puntas para obtener dos pipetas pequeñas con las que aplicará las muestras.
4. Corte una tira de papel filtro, de 5.0 cm de ancho y 10.0 cm de alto. Marque, con un lápiz, una línea a 0.5 cm del inicio del papel y distribuya los cuatro puntos donde se aplicarán las muestras de forma equidistante (a 0.5 cm de separación aproximadamente), de manera tal que se tendrán 4 orígenes.
5. Aplique en cada uno de los tres primeros orígenes, una gota pequeña de diferente indicador. En el cuarto origen, coloque la mezcla de los tres indicadores.
6. Coloque la tira de papel, con los indicadores, en el frasco que contiene la fase móvil, cerciórese de que la fase móvil no esté por encima del sitio donde se encuentran las muestras.

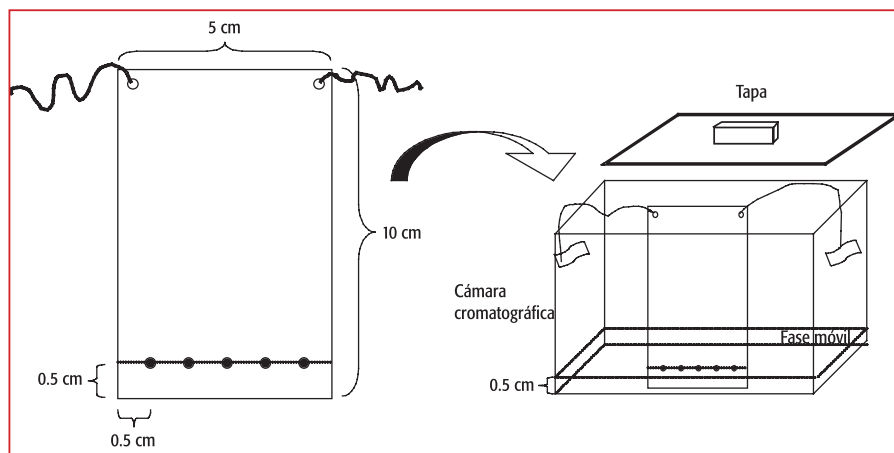


Figura 1. Cromatografía en papel. Se muestra el procedimiento para realizar este tipo de cromatografía.

7. Cierre el frasco y deje que corra la muestra hasta que la fase móvil este a un cm de distancia de la parte final del papel.
8. Retire la tira de papel del frasco y señale con lápiz el frente del disolvente.
9. Mida la distancia entre el origen y el frente del disolvente.
10. Mida la distancia entre el origen y el centro de cada mancha coloreada.

Reporte de la práctica




Con base a la información obtenida del cromatograma:

1. Calcule los valores de R_f para cada uno de los componentes. Exprese los resultados con dos cifras decimales.
2. Compare los R_f de los tres indicadores obtenidos cuando corren individualmente con los determinados cuando están en una mezcla.
3. ¿Cuál de los compuestos presentes fue más afín con la fase móvil?
4. ¿Cómo esperarías los valores de R_f de los componentes si la fase móvil tuviera una mayor proporción de ácido acético?

Cuestionario

1. Se desea separar una muestra que contiene varios aminoácidos. ¿Qué agente revelador emplearía para conocer la posición de los componentes?
2. ¿Qué sistema de disolvente emplearía para separar por cromatografía en papel una muestra de esteroides? ¿Cuál sería la fase estacionaria adecuada? ¿Cómo podría conocer el tipo de esteroides que tiene la muestra problema?

Bibliografía

-  Smith I., Feinberg, J.G. 1979. Cromatografía sobre papel y capa fina. Electroforesis. Exedra 128. Alhambra. España.
-  Skoog Douglas, West Donald, Holler James, Crouch Ray. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.
-  Touchstone Joseph C., 1992, *Practice of thin layer chromatography*. Tercera edición Ed. John Wiley&Sons Inc. United States of America.

Práctica 10

Cuantificación de hierro por espectrofotometría en el visible

Introducción

Las técnicas espectroscópicas o espectrofotométricas se basan en la utilización de energía luminosa de cierta longitud de onda para identificar y cuantificar analitos de una muestra. Es común clasificar estas técnicas atendiendo a la región del espectro electromagnético que utilizan, y así por ejemplo se tiene la espectroscopía de rayos X (usa longitudes de onda que van de 100 pm a 10 nm), la espectroscopía en el ultravioleta (de 180 a 380 nm), espectroscopía en el visible (de 380 a 780 nm) y espectroscopía de infrarrojo (de 0.78 a 50 μm) (Harris, 2001). Las radiaciones ultravioleta y visible (UV-Visible) se usan ampliamente con fines analíticos y ambas pueden ser medidas con los espectrofotómetros comunes.

Cuando un analito en disolución capaz de absorber luz se coloca en la celda de un espectrofotómetro y se le hace incidir luz de cierta longitud de onda (monocromática o de un solo color), parte de la luz incidente es absorbida por el analito y otra parte atraviesa y llega al fototubo del equipo que la detecta y mide (Verde y col., 1999). Estas propiedades se conocen como absorbancia y transmitancia y se definen como se indica a continuación.

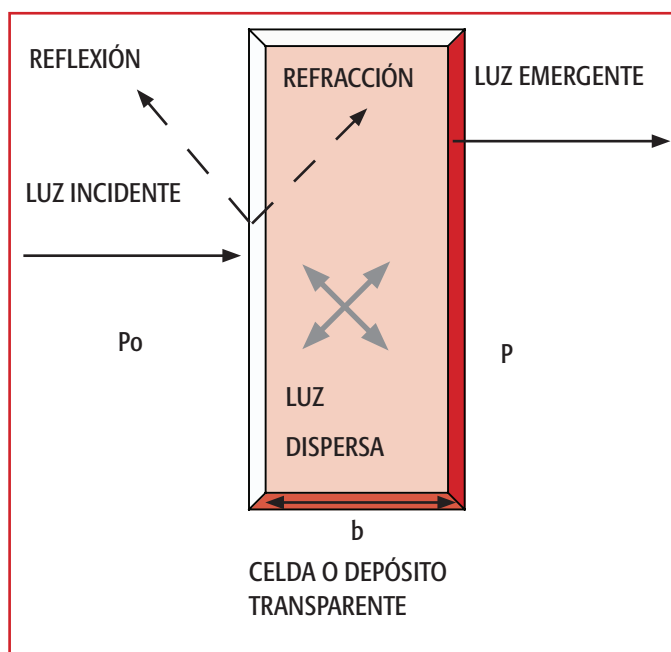


Figura 1. Fenómenos de absorción y transmitancia. Parte de la luz monocromática que incide en la celda es absorbida por el analito en disolución y otra parte es transmitida.

Si P_o es la energía radiante incidente y P la energía radiante transmitida, la transmitancia, definida como la fracción de la energía radiante que pasa a través de la muestra (disolución conteniendo al analito), se expresa como:

$$T = P/P_o, \text{ o bien } T \% = (P/P_o)100$$

Mientras que la absorbancia, definida como la fracción de la energía radiante que es absorbida por la muestra y que está relacionada logarítmicamente con la transmitancia, se expresa como:

$$A = -\log T = \log (P_o/P)$$

La ley de Lambert y Beer, indica cuantitativamente como la absorbancia depende de la concentración de las moléculas absorbentes y de la longitud del trayecto, paso óptico o recorrido de la luz en la celda. Cuanto mayor sea la concentración de las

moléculas absorbentes mayor será la absorbancia pues habrá más moléculas por unidad de volumen absorbiendo, e igualmente entre mayor sea la longitud del paso óptico, mayor será la absorbancia pues existirán más moléculas en el trayecto recorrido por la luz (Skoog y col., 2008). La ley de Lambert y Beer dice por lo tanto, que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de la especie absorbente (c) y a la longitud del paso óptico (b) y se expresa como:

$$A = \epsilon bc$$

En donde:

ϵ = constante de proporcionalidad llamada absorptividad molar en $M^{-1}cm^{-1}$

b = longitud de paso óptico en cm

c = concentración de la especie absorbente en M

Nótese que A es adimensional.

La ley de Lambert y Beer sólo se cumple con radiación monocromática y en disoluciones diluidas (10^{-2} - 10^{-6} M) debido a que en disoluciones concentradas las moléculas de soluto interaccionan entre sí y cambian sus propiedades, entre ellas, la absorptividad (Harris, 2001). Bajo estas condiciones, un gran número de compuestos siguen la ley de Beer, pero algunos no muestran una relación lineal entre absorbancia y concentración. Para saber el intervalo de concentraciones en el que un compuesto sigue una relación lineal con la absorbancia (ley de Lambert y Beer), se elabora una curva de calibración midiendo las absorbancias de disoluciones del analito de concentraciones conocidas.

Las mediciones espectrofotométricas son más confiables con valores de absorbancia en el intervalo de 0.187 a 0.824, o bien, con valores de transmitancia entre 15 y 65%, debido a que si la absorbancia es muy grande y pasa muy poca luz a través de la muestra es difícil medir esta energía radiante, y si por el contrario pasa demasiada luz (absorbancia muy pequeña), es difícil apreciar la diferencia entre la muestra y el blanco o referencia (disolución que lleva todos los reactivos menos el analito) (Harris, 2001).

En el análisis espectrofotométrico, normalmente se escoge la longitud de onda de máxima absorbancia del analito (λ_{Max}) debido, entre otras razones, a que la sensibilidad del análisis es máxima a esta λ , es decir, se consigue la máxima respuesta para una concentración dada de analito. La λ_{Max} se obtiene mediante un espectro de absorción que es una gráfica que muestra como varía la absorbancia (A) o la absorptividad molar (ϵ) al variar la longitud de onda y se obtiene efectuando mediciones de absorbancia del analito en un intervalo amplio de longitudes de onda, por ejemplo de 380 a 780 nm en la región del visible.

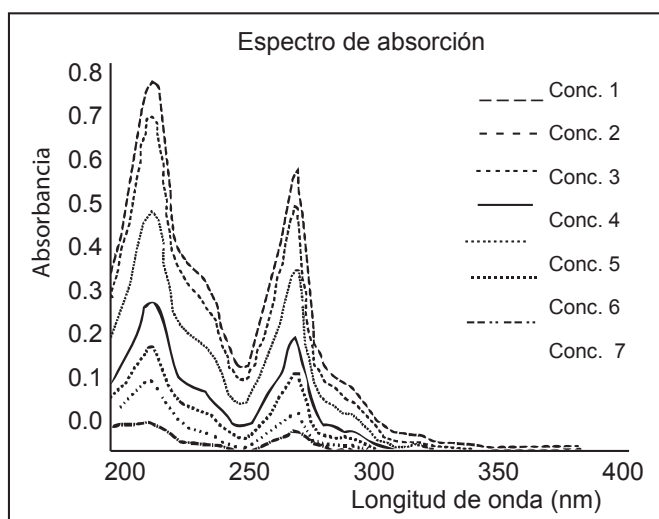


Figura 2. Espectros de absorción (barrido) en la región de 180 a 400 nm de un analito en disolución a diferentes concentraciones, en donde 1 corresponde a la disolución de mayor y 7 a la de menor concentración. Note como la absorbancia es proporcional a la concentración.

Las celdas o depósitos transparentes que contienen la muestra (analito en disolución) o el blanco pueden ser de cuarzo, vidrio óptico o plástico y generalmente tienen 1 cm de longitud de paso óptico. Las de cuarzo se usan para medidas espectrofotométricas en el UV-Visible, las de vidrio óptico, como absorben radiación ultravioleta, sólo son apropiadas para mediciones en la región del visible, y las de plástico sólo se utilizan para disoluciones acuosas y las hay para mediciones en el visible, y recientemente, en el ultravioleta.

Objetivo

El alumno determinará el espectro de absorción y elaborará la curva patrón de un analito y usará esta información para cuantificar una muestra problema del mismo analito.

Materiales y reactivos

Balanza analítica
 Espectrofotómetro Genesys o Biomate
 2 celdas de acrílico o de vidrio óptico
 Papel seda
 1 matraz volumétrico de 50 mL
 2 matraces volumétricos de 500 mL
 1 pipeta graduada de 1 mL
 1 pipeta graduada de 5 mL
 2 pipetas graduadas de 10 mL
 12 tubos de ensayo con tapones de rosca
 1 gradilla para tubos de ensayo
 4 vasos de precipitados de 100 mL
 1 espátula
 1 propipeta
 1 agitador de vidrio
 Disolución de ácido clorhídrico (HCl) 0.05 M, 500 mL
 Disolución de cloruro férrico (FeCl_3) 1×10^{-4} M en HCl 0.05 M, 500 mL
 Tiocianato de amonio (NH_4SCN) 0.5 M, 50 mL
 Disolución problema de cloruro férrico. Concentración aproximada: 5×10^{-5} M

Procedimiento

Preparación de Disoluciones

Prepare las disoluciones de ácido clorhídrico (HCl) 0.05 M (en campana de extracción), cloruro férrico (FeCl_3) 1×10^{-4} M y tiocianato de amonio (NH_4SCN) 0.5 M. Antes de proceder a su preparación verifique con su profesor los cálculos y forma de preparación.

Determinación del Espectro de Absorción del Complejo Tiocianato de Hierro (III)

Coloque en un tubo de ensayo 5 mL de la disolución de cloruro férrico, 0.3 mL de la disolución de tiocianato de amonio, 4.7 mL de agua destilada, tape y agite por inversión. Transfiera a una celda y lea la absorbancia en el modo barrido de 400 a 550 nm a intervalos de 5 nm. Ajuste la absorbancia con un blanco preparado con 0.3 mL de la disolución de tiocianato de amonio y 9.7 mL de agua destilada.

Elaboración de la Curva de Calibración del Complejo Tiocianato de Hierro (III)

Prepare la siguiente serie de tubos:

Tubo	Disolución de FeCl_3 1×10^{-4} M (mL)	Disolución de NH_4SCN 0.5 M (mL)	Agua destilada (mL)
1	1	0.3	8.7
2	2	0.3	7.7
3	3	0.3	6.7
4	5	0.3	4.7
5	7	0.3	2.7
6	9	0.3	0.7
7	0	0.3	9.7

Mezcle por inversión y lea inmediatamente la absorbancia a la longitud de onda de máxima absorbancia (λ_{Max}) encontrada en su espectro de absorción. Ajuste la absorbancia con el blanco (tubo 7).

Determinación de la Concentración de Fe^{3+} en la Disolución Problema

Coloque en un tubo de ensayo 5 mL de la disolución problema de cloruro férrico, 0.3 mL de la disolución de tiocianato de amonio, 4.7 mL de agua destilada, tape y agite por inversión. Transfiera a una celda y lea la absorbancia a la longitud de onda de máxima absorbancia (λ_{Max}) encontrada en su espectro de absorción. Ajuste la absorbancia con el blanco preparado con 0.3 mL de la disolución de tiocianato de amonio y 9.7 mL de agua destilada.

Reporte de la práctica

Determinación del Espectro de Absorción del Complejo Tiocianato de Hierro (III)

Con los resultados construya una gráfica de absorbancia contra longitud de onda y determine la longitud de onda de máxima absorbancia para el complejo rojo de tiocianato de hierro (III). Muestre a su profesor la longitud de onda seleccionada antes de continuar con la elaboración de la curva de calibración y la cuantificación de hierro en su muestra problema.

Elaboración de la Curva de Calibración del Complejo Tiocianato de Hierro (III)

Construya una gráfica de absorbancia contra concentración molar de Fe^{3+} . Compruebe en que intervalo hay linealidad y por lo tanto, la ley de Beer se cumple. Obtenga la ecuación de la recta y el coeficiente de correlación (R^2) para ver que tan bien se ajustan sus datos a la línea recta.

Determinación de la concentración de Fe^{3+} en la Disolución Problema

Obtenga la media de sus tres determinaciones de absorbancia y la desviación estándar. Con la ecuación de la recta obtenida en el punto anterior, encuentre la concentración de FeCl_3 de su muestra problema. Solicite a su profesor la concentración real de su muestra problema y reporte la exactitud y la precisión de su determinación.




Cuestionario

1. El cloruro férrico no absorbe en la región del visible, ¿qué pasa cuando se le combina con el tiocianato de amonio? ¿Por qué se desarrolló un color rojo? Cómo se llama a los reactivos como el tiocianato de amonio que al combinarse con el analito generan un color que puede absorber en la región del visible?
2. ¿Qué factores se deben tomar en cuenta para la determinación espectrofotométrica de iones inorgánicos por formación de complejos?
3. ¿Cuál es la diferencia entre absorptividad (a) y absorptividad molar (ϵ)?
4. ¿Qué cuidados se deben tener con las celdas del espectrofotómetro?

Notas: Se sugiere al profesor contar con un frasco para la colecta de los desechos de los reactivos.

Se sugiere al profesor enseñar a los alumnos el uso de la aplicación "curva estándar en el espectrofotómetro Biomate 3 o Génesys 5.

Bibliografía

-  Harris Daniel C., 2001. *Análisis Químico Cuantitativo*. 2ª edición. Editorial Reverté, S.A. México.
-  Skoog Douglas A., West Donald M., Holler F. James, Crouch Stanley R. 2008. *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª edición. Thomson Learning, México.
-  Verde Calvo José Ramón, Escamilla Hurtado Ma. de Lourdes, Reyes Dorantes Alberto y Malpica Sánchez Frida. *Manual de Prácticas de Química Analítica II*. 1ª edición. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México.

Apéndice 1

Uso adecuado de instrumentos y materiales de laboratorio

Para un uso adecuado de los diferentes instrumentos y materiales de trabajo con que cuenta un laboratorio de docencia, se debe saber en qué tipo de análisis se les puede emplear, cuáles son sus limitaciones de medición, sus condiciones óptimas de operación y los cuidados que se les debe brindar.

Balanzas

Su propósito es medir el peso de un material o pesar cierta cantidad de una sustancia, las hay de varios tipos pero dos son los más comunes en el laboratorio de docencia.

Balanza granataria

Tiene una sensibilidad de $\pm 0,1$ g por lo que no tiene capacidad para medir miligramos, está diseñada para pesar desde décimas de gramo hasta algunos kilogramos. Cuidados: se le debe mantener limpia, no derramar sólidos ni líquidos sobre el área de pesado (plato) y dejarla en ceros después de su uso.

Balanza analítica

- Este tipo de balanza cuenta con una sensibilidad de $\pm 0,01$ g hasta 0,0001 g. Pasos a seguir para un manejo adecuado:
- Antes de pesar, ajuste la burbuja (se puede encontrar en la parte trasera, lateral o frontal) haciendo girar los tornillos de las patas de soporte.
- Elimine con una brocha pequeña todos los residuos sólidos que se hayan acumulado debajo del plato.
- No la mueva del lugar donde se encuentra pues la puede desequilibrar.
- Si así lo requiere, puede tarar el recipiente donde pesará el reactivo antes de tomar su peso definitivo.
- Mantenga las puertas laterales y la frontal de la balanza cerradas al tomar la última lectura, ya que el sistema de pesado es muy sensible a las corrientes de aire.
- No se recarga a los lados de la balanza pues es muy sensible al movimiento.



Balanza analítica



Balanza granataria

Figura 1. Tipos de balanzas. La analítica tiene mayor sensibilidad que la granataria.

Material de Vidrio

El vidrio es un material durable, transparente y resistente, el que se emplea en la fabricación de material de laboratorio es además resistente a ácidos y otras sustancias corrosivas, así como a cambios bruscos de temperatura. Las dos marcas que dominan el mercado son Pyrex y Kimax.

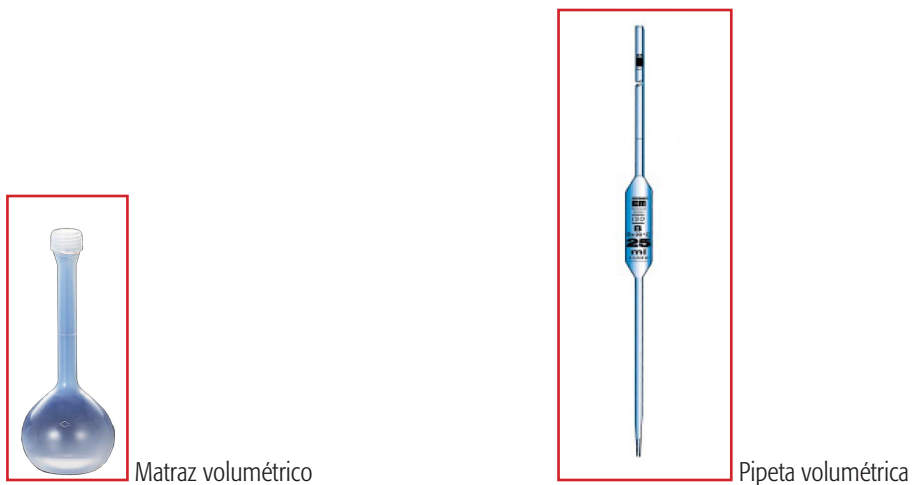


Figura 2. Material volumétrico de vidrio.

No volumétrico

Estos materiales de vidrio no miden volúmenes exactos por lo que se utilizan sólo para contener líquidos. Una excepción son las pipetas graduadas que poseen una buena exactitud para trabajo analítico cuantitativo.



Figura 3. Material no volumétrico de vidrio.

Instrumentos de Medición

Dentro de esta categoría se encuentran las pipetas graduadas y las probetas para la medición de volúmenes de líquidos, el picnómetro para medir la densidad de un sólido o de un líquido y el termómetro para la medición de temperaturas.



Figura 4. Algunos instrumentos de medición.

Desecador

Los desecadores tienen paredes gruesas de vidrio, forma cilíndrica y una tapa esmerilada que se ajusta herméticamente para evitar que penetre la humedad del medio ambiente. En su parte interior tienen una placa o plato con orificios que varía en número y tamaño, estos platos pueden ser de diferentes materiales como porcelana o nucerite (combinación de cerámica y metal). Se utilizan para mantener temporalmente sustancias exentas de humedad.



Figura 5. Desecador para proteger reactivos químicos de la humedad del medio ambiente.

Otros Materiales

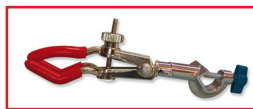
La Fig. 6 ilustra una campana de extracción y diferentes materiales de uso común en el laboratorio.



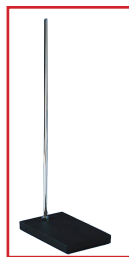
Tela de asbesto



Tripié



Pinzas para bureta



Soporte universal



Pinzas para crisol



Campana para manejo de sustancias tóxicas y corrosivas



Embudo de filtración



Escobillón



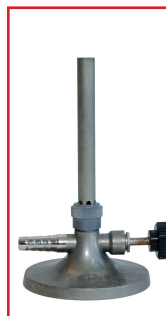
Tubos de ensayo



Piseta



Parrilla



Mechero Bunsen



Mortero



Propipeta

Figura 6. Campana de extracción y diferentes materiales de uso común en los laboratorios de química analítica.

Apéndice 2

Instrucciones de operación del potenciómetro conductronic pH 120

Usos y Partes que lo Componen

El potenciómetro Conductronic Modelo pH 120 es un instrumento que se usa para efectuar mediciones de pH, determinaciones de iones específicos, titulaciones de óxido reducción, establece el punto final Kart Fischer y lleva a cabo otras titulaciones con electrodos polarizados. El equipo tiene un panel que proporciona lecturas de dos dígitos y la compensación de temperatura es automática de 0 a 100 °C. Su alta impedancia de entrada ($10^{12}\Omega$) permite su uso con todos los electrodos actualmente disponibles, incluyendo los diseñados para iones específicos. La Figura 1 muestra los controles e indicadores que lo componen y en el apartado siguiente se indica la función de cada una.

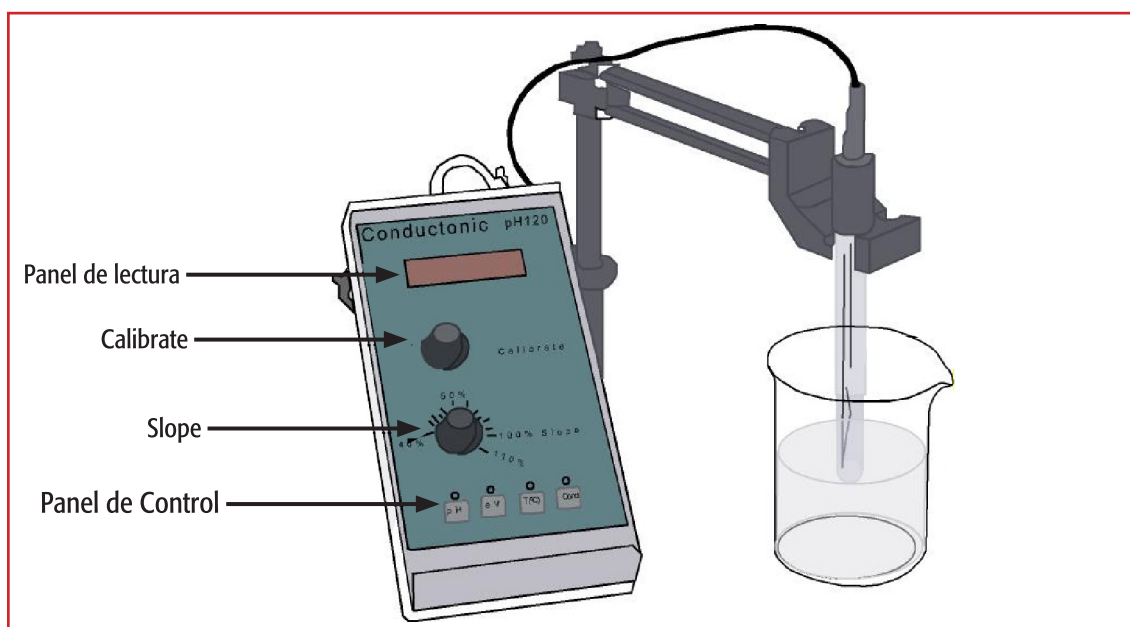


Figura 1. Partes del potenciómetro Conductronic Modelo 120.

Controles e Indicadores

1. **Panel de control.** Estas teclas permiten la selección de las diferentes funciones como son pH, mV, mVrel. y °C. Si se va a medir la temperatura se requiere el sensor de temperatura.
2. **Control de pendiente (Slope).** Compensa la desviación del valor teórico de la pendiente del electrodo. Funciona únicamente en el modo de pH.
3. **Control de Calibración (Calibrate).** Permite calibrar el instrumento en las funciones de pH y mVrel.
4. **Panel de Lectura.** Indica el valor del pH medido por el electrodo, también proporciona datos de temperatura y mV.

Calibración del Instrumento y Mediciones de pH

(Este procedimiento también se puede emplear para los potenciómetros Conductronic Modelos pH 10 y pH 20).

Calibración a un punto

(Cuando el valor de pH de la solución problema está en el intervalo de ± 3.0 unidades, respecto al pH 7.0 de la solución patrón)

1. Asegúrese que el electrodo este bien conectado en la parte trasera del equipo y conecte el equipo a la corriente eléctrica.
2. Seleccione la tecla "pH" en el panel de control.
3. Lave el electrodo con agua destilada y séquelo con un papel absorbente suave tocando solamente el bulbo.
4. Fije la perilla "Slope" en 100% en la escala.
5. Introduzca el electrodo y el sensor de temperatura en la solución patrón de pH 7.0 y permita que la lectura se estabilice (aproximadamente 30 seg).
6. Ajuste la perilla de calibración "Calibrate", hasta que el medidor indique el valor pH 7.0 de la solución patrón.
7. Retire el electrodo y enjuáguelo con agua destilada, pero no seque el electrodo.
8. Introduzca el electrodo en la solución a medir y lea el valor de pH en el panel de lectura. Después de cada medición, retire el electrodo y enjuáguelo con agua destilada.

Calibración a dos puntos

(Cuando el valor de pH de la solución problema no está en el intervalo de ± 3.0 unidades, respecto al pH 7.0 de la solución patrón).

1. Siga las indicaciones de *calibración a un punto* hasta el paso número 6.
2. Retire el electrodo, enjuáguelo con agua destilada. Sumerja el electrodo en la segunda solución patrón de pH 4.0 ó pH 10.0 (utilice la primera si el pH de su muestra problema es ácido o la segunda si es básico).
3. Ajuste la perilla de control de pendiente "Slope", hasta que el medidor indique el valor de pH de la segunda solución patrón.
4. Retire el electrodo, enjuáguelo con agua destilada y proceda a efectuar las mediciones de la solución problema. No olvide limpiar el electrodo con agua después de cada medición.

Limpieza y cuidados del electrodo de pH

- El electrodo se debe humectar y almacenar con una disolución de cloruro de potasio para evitar que se seque el diafragma.
- La membrana y el diafragma del electrodo pueden contaminarse, produciendo errores en la medición, para evitar este problema la membrana de vidrio debe limpiarse:
 - Con un papel húmedo.
 - En caso de contaminación con productos orgánicos puede usarse un disolvente como la acetona; también se puede emplear una solución de ácido clorhídrico 1:1 y dejar sumergido el electrodo por un día para evitar la formación de precipitado y sales en su interior.
 - Para eliminar la presencia de proteínas contaminantes se puede utilizar una solución de pepsina o de ácido sulfocrómico 0.10 N.
 - Cuando se mide el pH de muestras de grasas o aceites, los residuos se pueden eliminar lavando el electrodo con detergente y agua abundante.

Problemas y Precauciones

- Si el instrumento no funciona, revise que el cable de corriente esté bien conectado a la toma de corriente y que el cable del electrodo este firmemente conectado a la parte trasera del equipo.
- Verifique que las soluciones patrón estén completamente transparentes y que no contengan partículas extrañas. La solución patrón de pH 7.0 debe ser incolora, la de pH 4.0 roja y la de pH 10.0 azul. Cambie las soluciones patrón, en caso de que la perilla "Calibrate" o la perilla "Slope", lleguen al tope midiendo estas soluciones.
- Las soluciones de baja conductividad, tales como el agua destilada y desionizada, responden más lentamente, dando la apariencia de lecturas erráticas.
- Si el instrumento no responde, verifique que el electrodo no esté dañado, de estarlo sustitúyalo por otro y hágalo saber al profesor y al laboratorista. Si el electrodo no está dañado, sumérjalo en agua tibia por una hora para destapar la referencia y que los cristales de KCl fluyan adecuadamente. Si el instrumento sigue sin responder correctamente después de haber verificado los puntos anteriores, informe a su profesor y a la Coordinación de Laboratorios para su reparación o sustitución.

Apéndice 3

Instrucciones de operación del espectrofotómetro biomate™ 3 thermo spectronic

Usos y partes que lo componen

El espectrofotómetro UV-Visible es un equipo de uso fácil y las determinaciones que en él se realizan son de tipo cuantitativo, con aplicaciones en diferentes campos como:

- Industria de alimentos, química, farmacéutica y en el tratamiento de aguas residuales, en donde se le utiliza en los análisis rutinarios de control de calidad.
- Laboratorios de investigación para el análisis de diversos compuestos de interés.
- Enseñanza, en el desarrollo de prácticas académicas en los laboratorios de docencia.

El espectrofotómetro Biomate™ 3 Thermo Spectronic (Fig. 1) ofrece:

- Un sistema óptico único que aumenta la precisión y exactitud.
- Calibración automática de la longitud de onda.
- Programación para la determinación de curvas estándar, cinéticas químicas y bioquímicas, análisis a múltiples longitudes de onda y diversas formas de expresar los resultados (por ejemplo, diferencia de absorbancias).

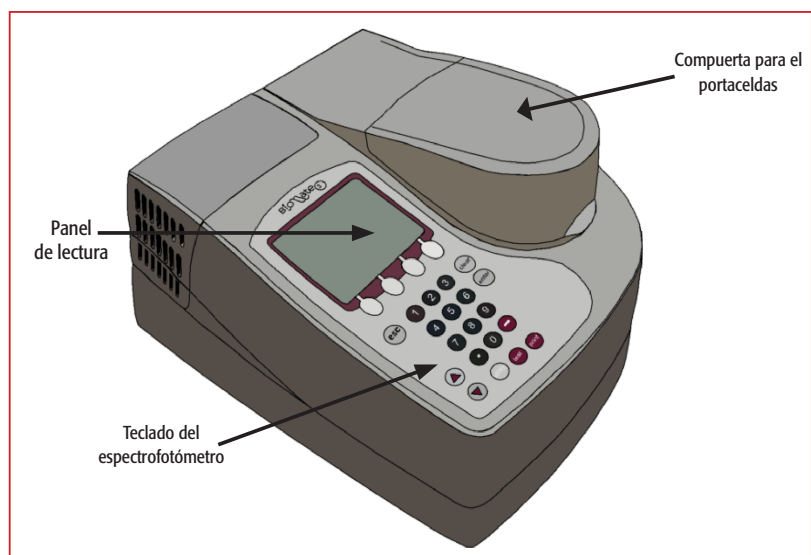


Figura 1. Espectrofotómetro UV-visible BioMate 3.

Controles e indicadores

Panel de lectura. Muestra las lecturas de absorbancia, transmitancia y la concentración de los compuestos en las soluciones contenidas en la celda. Asimismo, indica la programación que se está haciendo del equipo.

Teclados. Ajusta y establece cambios en los parámetros de medición, a través de los teclados numérico, de programación y de funciones (Fig. 2). El teclado numérico ajusta los cambios en la longitud de onda y tiempo de la determinación, y los de programación y funciones incluyen las teclas "esc", "clear", "enter", ▲ y ▼, "test", "utility", "print" que permiten que el espectrofotómetro funcione como una microcomputadora.

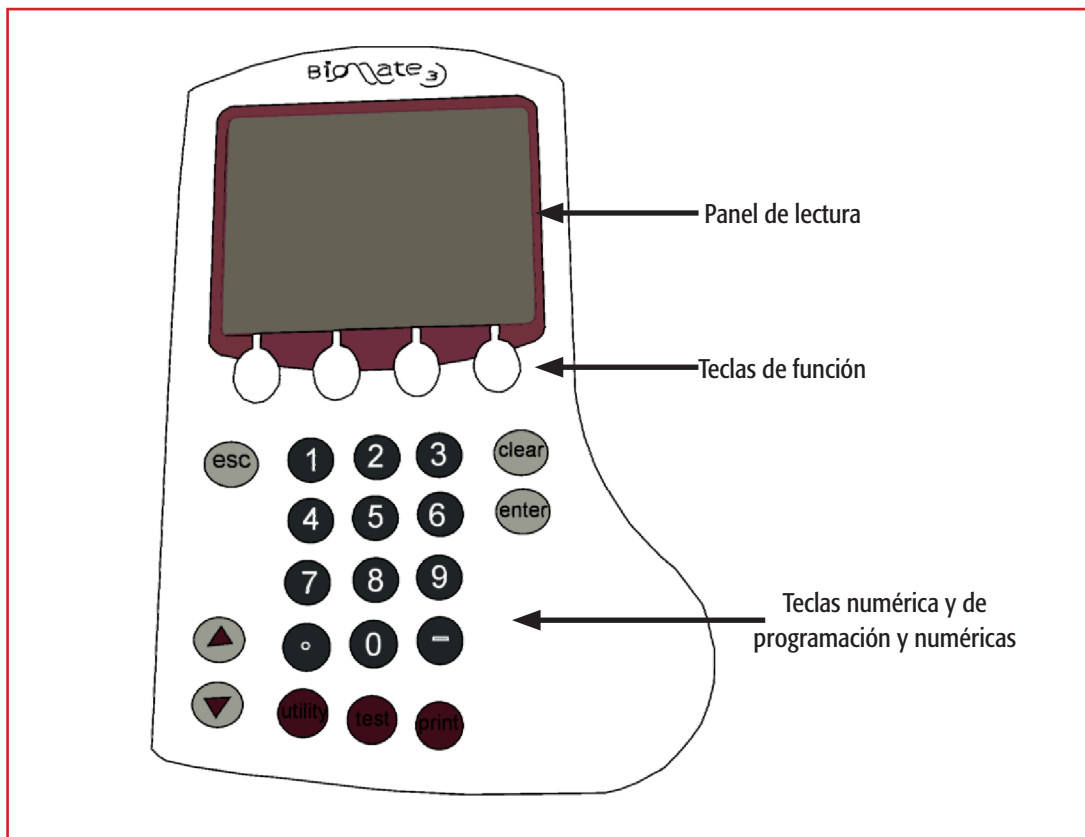


Figura 2. Teclado y panel de lectura del espectrofotómetro.

Conexión y Calibración Automática del Equipo

1. Coloque el espectrofotómetro en la mesa de trabajo, en un lugar seguro donde no haya riesgos de derrame de reactivos y evite moverlo durante las determinaciones.
2. Conecte el cable que se le proporciona, primero al equipo por el panel trasero usando la entrada hembra (Fig. 3) y después al tomacorriente. Efectúe este proceso en la secuencia indicada, no invierta los pasos pues el equipo puede sufrir una descarga.

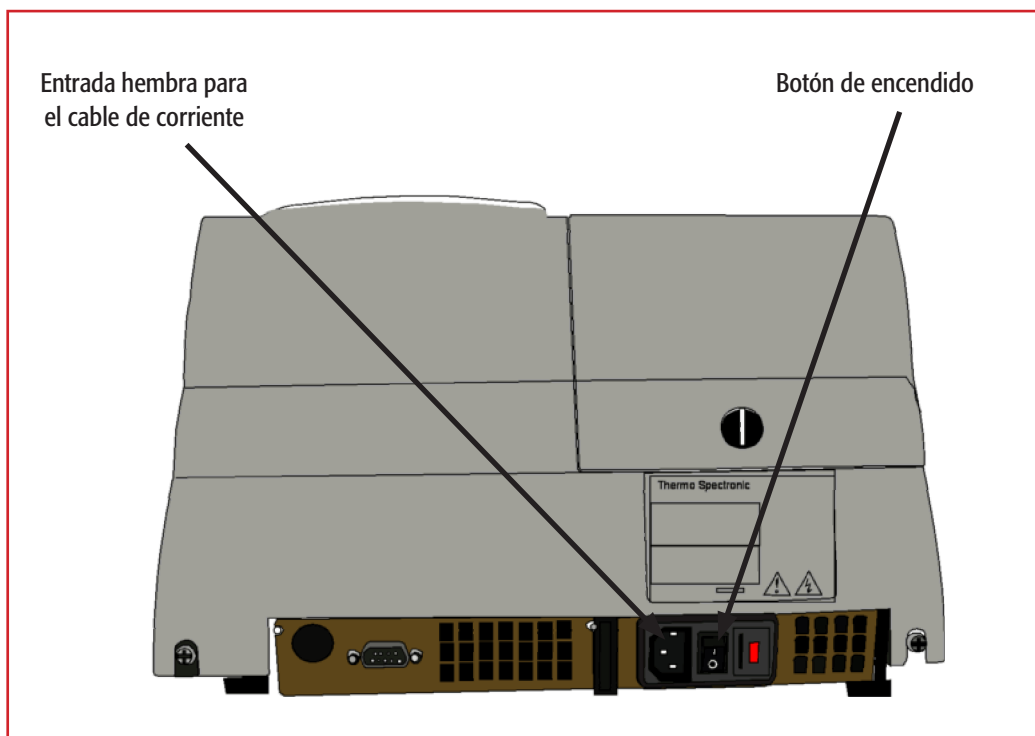


Figura 3. Vista trasera del equipo. Se observa el panel de conexión y el botón de encendido.

3. Abra la compuerta del portacelda (Fig. 4) y asegúrese de que no existe ninguna muestra, cierre la compuerta y presione el botón de encendido. El equipo empezará por darle la bienvenida con el logotipo de la marca, después calibrará los filtros y ajustará la lámpara automáticamente (escuchará un sonido). Durante el proceso no abra la compuerta del portacelda y no presione ninguna tecla, sólo espere.

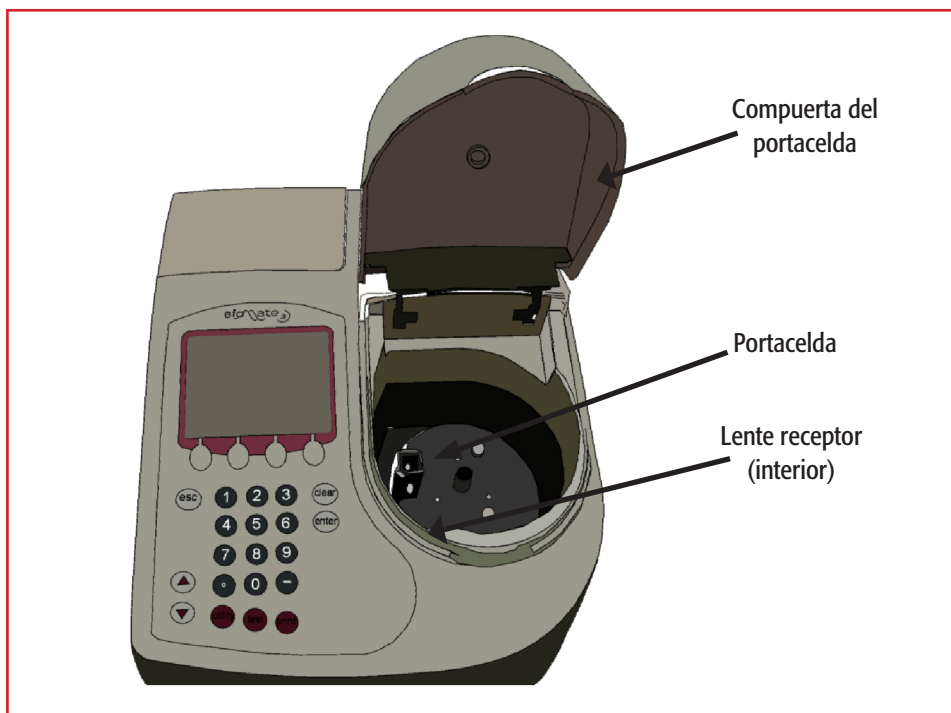


Figura 4. Vista superior del equipo con la compuerta abierta, se observa el portacelda

Módulo de Medición Básica de Absorbancia, Transmitancia y Concentración

- Una vez calibrado el equipo, el panel mostrará lo siguiente:

MENU	SMART START BIOMATE	FECHA Y HORA
PROGRAMAS Y RUTINAS		FECHAS DE PROGRAMAS Y RUTINAS
		Análisis Almacenados

- Presione la tecla **"ESC"** del panel de programación una o dos veces hasta que escuche un sonido. El panel de lectura cambiará, mostrando lo siguiente:

MENU	SMART START BIOMATE	FECHA Y HORA
Ensayo ácidos nucleicos Ensayo de Proteína Crecimiento Celular Calcular oligos		
Iniciar Smart	General Test	Análisis A Imacenados

- En el panel de funciones pulse la tecla **"GENERAL TEST"** y posteriormente **"ATC básica"**. El panel de lectura mostrará lo siguiente:

GENERAL-TEST		FECHA Y HORA	
ABSORBANCIA			
0.000 A			
Medir Blanco	General Test	Ajustar nm	

- Ajuste la longitud de onda, presionando primero la tecla "Ajustar nm" y después las teclas numéricas necesarias y por último oprima **ENTER**.
- Con la tecla de "cambiar modo", puede alternar la determinación de absorbancia, transmitancia o concentración.
- Prepare la solución blanco o de referencia, colóquela en la celda y ésta a su vez en el portaceldas (la celda se debe orientar con el lado transparente frente a la persona que opera el espectrofotómetro, el ancho de la celda es de 1.0 cm). Ajuste la absorbancia a cero oprimiendo la tecla medir blanco.
- Retire la celda y cambie la solución de referencia por la muestra problema. Tome la lectura de la absorbancia que se muestra en el panel. Es recomendable, ajustar nuevamente con el blanco antes de tomar la lectura de otra muestra.
- Cuando termine de efectuar todas las determinaciones, no se olvide de retirar la celda. Presione la tecla "**ESC**" tres veces para terminar.
- Para apagar el equipo, presione el botón de apagado (el mismo de encendido pero en la segunda posición, Fig. 3) y desconecte el cable del tomacorriente y del equipo. Evite desconectar el cable antes de presionar el botón de apagado, ya que se puede dañar la lámpara de Xenon y/o el fusible del aparato. No guarde el cable en el interior del equipo (en el portaceldas).

Módulo de Múltiples Lecturas a Diferentes Longitudes de Onda

Este módulo permite obtener medidas de absorbancias a diferentes longitudes de onda. El equipo puede operar desde 190 hasta 1100 nm, con intervalos mínimos de 10 nm y máximos de 100 nm en cada determinación. Cuando trabaje entre 800 y 1100 nm, encienda el equipo al menos media hora antes de iniciar las lecturas.

1. Siga los pasos indicados en la sección “Conexión y Calibración Automática del Equipo”.
2. Una vez calibrado el equipo, el panel mostrará lo siguiente:

MENU	SMART START BIOMATE	FECHA Y HORA
PROGRAMAS Y RUTINAS	FECHAS DE PROGRAMAS Y RUTINAS	
		Análisis Almacenados

3. Presione la tecla “ESC” del panel de programación una o dos veces hasta que escuche un sonido. El panel de lectura cambiará, mostrando lo siguiente:

MENU	SMART START BIOMATE	FECHA Y HORA
Ensayo ácidos nucleicos Ensayo de Proteína Crecimiento Celular Calcular oligos		
Iniciar Smart	General Test	Análisis A lmacenados

4. En el panel de funciones pulse la tecla "GENERAL TEST". El panel de lectura mostrará lo siguiente:

TIPOS DE ANALISIS			FECHA Y HORA
A-%T-C AVANZADA CURVA ESTÁNDAR RELACION DE ABSORBANCIAS DIFERENCIA DE ABSORBANCIAS CINÉTICA BARRIDO DE EXPLORACION NETA A 3 PUNTOS MULTIPLES LONGITUDES DE ONDA VALID. DE FUNCIO- NAMIENTO			
Iniciar Smart	General Test	Análisis Almacenados	Ensayos Biomate

5. Con la tecla ▼ del teclado de programación, baje el cursor y seleccione la opción "Múltiples longitudes de onda" y oprimir la tecla "ENTER". El panel cambiará y mostrará lo siguiente:

MULTIPLES LONGITUDES DE ONDA		FECHA Y HORA	
NOMBRE DE ANALISIS MODO DE MEDICION # ID (0=OFF)		----- ABSORBANCIA 1	
Ajuste nm	Almacenar analisis	Análisis almacenados	

6. Presione la tecla "Ajuste nm" del panel de funciones. Oprima la opción "Agregar nm" y combinando las teclas numéricas y la tecla "ENTER", ingrese las longitudes de onda deseadas, las que aparecerán en la pantalla. Si requiere borrar alguna de estas longitudes, oprima "Borrar nm".

MULTIPLES LONGITUDES DE ONDA		FECHA Y HORA	
<div style="border: 1px dashed red; padding: 10px;"> <p><u>nm</u> <u>ABS</u></p> <p>1. 190</p> <p>2. 200</p> <p>3. 210</p> </div>			
	Agregar nm	Análisis Almacenados	Correr muestra

7. Una vez ingresadas las longitudes de onda a las que efectuarán las determinaciones, elija la opción "Correr muestra", la pantalla cambiará y mostrará los siguiente:

MULTIPLES LONGITUDES DE ONDA		FECHA Y HORA	
<div style="border: 1px dashed red; padding: 10px;"> <p><u>nm</u> <u>ABS</u></p> </div>			
Medir Blanco			Medir Muestra

8. Prepare la solución blanco o de referencia, colóquela en la celda e introduzca ésta en el portaceldas (la celda se debe orientar con el lado transparente frente a la persona que opera el espectrofotómetro). Ajuste a cero la absorbancia para cada longitud de onda, oprimiendo la opción "**medir blanco**". Se activará después de unos segundos la opción "**medir muestra**". Retire la celda y cambie la solución de referencia por la muestra problema. Oprima el botón "**medir muestra**" y registre la lectura de la absorbancia que se muestre en el panel.
9. Anote las lecturas y cuando termine de efectuar todas las determinaciones, retire la celda. Presione la tecla "ESC" cuatro veces para terminar.
10. Para apagar el equipo, presione el botón de apagado (el mismo de encendido pero en la segunda posición, Fig. 3) y desconecte el cable del tomacorriente y del equipo. Evite desconectar el cable antes de presionar el botón de apagado, ya que se puede dañar la lámpara de Xenon y/o el fusible del aparato. No guarde el cable en el interior del equipo (en el portaceldas).

Manual de prácticas de laboratorio. Química Analítica

Se terminó de imprimir en septiembre de 2013,
con un tiraje de 200 ejemplares, más sobrantes para reposición.



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Av. San Rafael Atlixco No.186, Col. Vicentina
C.P. 09340, Del. Iztapalapa, México D.F.
Tel.: (01) 58044600